

PCT

世界知的所有権機関

国際事務局



## 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

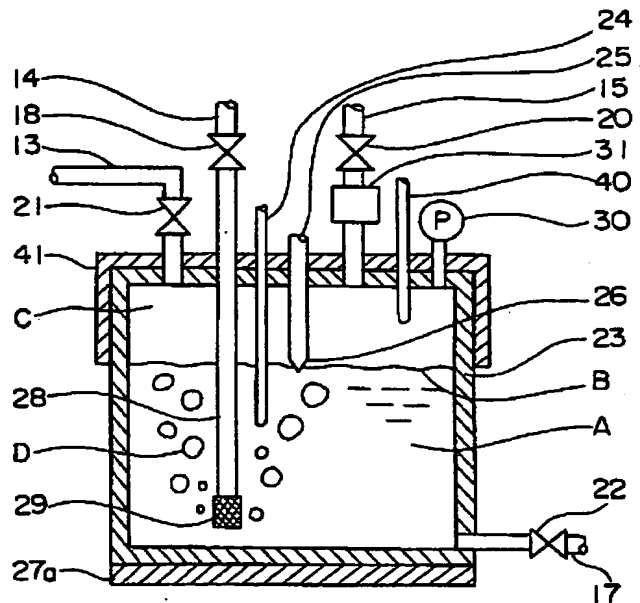
(51) 国際特許分類 5 B01D 1/14	A1	(11) 国際公開番号 WO 94/06529
(21) 国際出願番号 POT/JP93/01353	(22) 国際出願日 1993年9月21日 (21. 09. 93)	(43) 国際公開日 1994年3月3日 (03.03.1994)
(30) 優先権データ 特願平4/251461 1992年9月21日 (21. 09. 92) JP	(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 三菱電機株式会社 (MITSUBISHI DENKI KABUSHIKI KAISHA) (JP/JP) 〒100 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 Tokyo, (JP) 三菱電機セミコンダクタシステムエンジニアリング株式会社 (RYODEN SEMICONDUCTOR SYSTEM ENGINEERING CORPORATION) (JP/JP) 〒664 兵庫県伊丹市瑞原四丁目1番地 Hyogo, (JP)	(74) 代理人 弁理士 曾我道照, 外 (SOGA, Michiteru et al.) 〒100 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号 国際ビルディング6階 曾我特許事務所 Tokyo, (JP)
(72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) 末永尚之 (SUENAGA, Takayuki) (JP/JP) 〒664 兵庫県伊丹市瑞原四丁目1番地 三菱電機セミコンダクタシステムエンジニアリング株式会社内 Hyogo, (JP) 山口 徹 (YAMAGUCHI, Tooru) (JP/JP) 萬原晃一郎 (TSUTAHARA, Kouichirou) (JP/JP) 〒664 兵庫県伊丹市瑞原四丁目1番地 三菱電機株式会社 北伊丹製作所内 Hyogo, (JP)	(81) 指定国 JP, US.	添付公開書類 国際調査報告書

(54) Title : LIQUID GASIFICATION APPARATUS

(54) 発明の名称 液体気化装置

## (57) Abstract

In a liquid gasification apparatus in which a liquid material (A) is held in a container (23) with the temperature thereof maintained at a constant level by a temperature regulating means (27a), a gas which does not react with this liquid being blown into the liquid to gasify the same liquid, a gas is generated stably by gasifying a predetermined quantity of liquid (A). A temperature regulating means (41) is provided at the portion of a container (23), in which a liquid (A) is held at a predetermined temperature, to which an inner hollow space (C) above the liquid (A) in the container (23) can extend, and the temperature in the inner hollow space (C) is controlled independently of that of the same liquid. The quantity of generated gas is stabilized to a predetermined level by maintaining the temperature in the inner hollow space (C) at a constant level higher than that of the temperature of the liquid (A).



(57) 要約

容器 2 3 内に、液体材料 A を温度調節手段 2 7 a で一定温度になるように保持し、この液体 A 内に、それと反応しない性質の気体を吹き込んで、前記液体 A の気化を行う液体気化装置において、一定量の液体 A を気化させることによりガス安定して発生させる。 液体 A を一定温度で保持する容器 2 3 の、該容器 2 3 内の液体 A の上方の内部空間 C が及ぶ範囲に温度調節手段 4 1 を設け、容器 2 3 内の液体温度とは独立して前記内部空間 C の温度を制御する。 前記内部空間 C の温度を前記液体 A の温度より高い温度で一定に保持することにより、発生する気化ガス量を一定に安定させる。

情報としての用途のみ

PCT に基づいて公開される国際出願のパンフレット第 1 頁に PCT 加盟国を特定するために使用されるコード

AT	オーストリア	CS	チェコスロヴァキア	KR	大韓民国	PL	ポーランド
AU	オーストラリア	CZ	チェコ共和国	KZ	カザフスタン	PT	ポルトガル
BB	バルバドス	DE	ドイツ	LJ	リヒテンシュタイン	RO	ルーマニア
BE	ベルギー	DK	デンマーク	LK	スリランカ	RU	ロシア連邦
BF	ブルキナファソ	ES	スペイン	LU	ルクセンブルグ	SD	スーダン
BG	ブルガリア	FI	フィンランド	LV	ラトヴィア	SE	スウェーデン
BJ	ベナン	FR	フランス	MC	モナコ	SI	スロベニア
BR	ブラジル	GA	ガボン	MG	マダガスカル	SK	スロバキア共和国
BY	ベラルーシ	GB	イギリス	ML	マリ	SN	セネガル
CA	カナダ	GN	ギニア	MN	モンゴル	TD	チャド
CF	中央アフリカ共和国	GR	ギリシャ	MR	モーリタニア	TG	トゴ
CG	コンゴ	HU	ハンガリー	MW	マラウイ	UA	ウクライナ
CH	スイス	IE	アイルランド	NE	ニジェール	US	米国
CI	コート・ジボアール	IT	イタリア	NL	オランダ	UZ	ウズベキスタン共和国
CM	カメルーン	JP	日本	NO	ノルウェー	VN	ベトナム
CN	中国	KP	朝鮮民主主義人民共和国	NZ	ニュージーランド		

-1-

## 明細書

## 液体気化装置

技術分野

この発明は、液体を気化するための液体気化装置、特に半導体製造装置プロセスで使用される化学気相成長装置に用いられる液体気化装置に関するものである。

背景技術

従来の液体気化装置として、液体材料を気化させ反応ガスとして用いシリコン酸化膜を形成する化学気相成長装置、特に反応ガスとして珪酸エチル（以下TEOSと略す）を気化させたガス、膜中にP（リン）を添加するために用いる正燐酸トリメチル（以下TMP Oと略す）を気化させたガス及び膜中にB（ホウ素）を添加するために用いるほう酸トリエチル（以下TEBと略す）を気化させたガスと、気化させるための窒素ガスと、酸素ガスを一部オゾン化させたガスとを用いる化学気相成長装置の一工程を担い、常温より高温に加熱保持した液体中に気体を流してバブリングすることにより液体を気化させる液体気化装置について説明する。

また前記の化学気相成長装置としてはシリコン酸化膜を形成する化学気相成長装置とし、気化器としては、常温より高温に加熱保持した液体材料中に気体を流して、バブリングにより液体を気化させる気化器とする。

まず、従来の化学気相成長装置の成膜反応について説明する。この種の化学気相成長装置は、一例として、図50に示すように構成されており、以下この化学気相成長装置について同図に基づいて説明する。図50において、従来の化学気相成長装置は、半導体ウエハ（図示せず）に成膜を行う反応室1と、酸素ガス供給管2と、その酸素ガス供給管2からの酸素ガスの流量を計測、調整する酸素ガス流量調整器3と、酸素ガスの一部をオゾンにするためのオゾン発生器4と、そのオゾン発生器4からの一部オゾン化した酸素ガスを反応室1に供給するオゾン

-2-

ガス導入管 5 と、後述する液体気化装置 6 と、その液体気化装置 6 からの反応ガスを反応室 1 に供給する反応ガス導入管 7 と、反応ガス導入管 7 を加熱保持するためのヒーター 8 と、反応室 1 からガスを排出する排気管 9 とを備える。

このように構成された従来の化学気相成長装置においては、反応室 1 内でガスヘッド（図示せず）より、オゾンガス導入管 5 からのオゾンガスと、反応ガス導入管 7 からの反応ガスを、ウエハステージ（図示せず）で加熱保持された半導体ウエハ（図示せず）上に供給して化学気相反応を行わせ、前記半導体ウエハ上に反応成生膜（図示せず）を形成し、反応後のガスは排気管 9 より反応室 1 外へ排出される。

次に、上述した図 50 の従来の化学気相成長装置の液体気化装置 6 について説明する。この種の液体気化装置は、一例として、図 51 の配管系統図に示すように構成されており、以下この液体気化装置について同図に基づいて説明する。図 51 において、液体気化装置 6 は、TEOS 液、TMPO 液及びTEB 液の気化を行う複数の気化器 10 a、10 b、10 c と、各気化器 10 a、10 b、10 c へ供給する窒素ガスの流量を計測、調整する窒素ガス流量調整器 11 a、11 b、11 c と、キャリアガスとしての窒素ガスの流量を計測、調整する窒素ガス流量調整器 11 d と、この液体気化装置に窒素ガスを供給する窒素ガス供給管 12 と、TEOS 液、TMPO 液及びTEB 液をそれぞれ貯溜する液体材料供給容器（図示せず）から各気化器 10 a、10 b、10 c へ各液体を供給するための液補給管 13 a、13 b、13 c と、各窒素ガス流量調整器 11 a、11 b、11 c により流量を調節された窒素ガスを各気化器 10 a、10 b、10 c へ導入するためのガス導入管 14 a、14 b、14 c と、各気化器 10 a、10 b、10 c から窒素ガス及び気化ガスを導出して反応ガス導入管 7 へ送るためのガス導出管 15 a、15 b、15 c と、対応するガス導入管 14 a、14 b、14 c 及びガス導出管 15 a、15 b、15 c を接続するバイパス管 16 a、16 b、16 c と、気化器内の液を廃液配管（図示せず）へ排出するためのドレイン管 17 a、17 b、17 c と、各配管に設けられたバルブ

-3-

18a-22cと、窒素ガス流量調整器11dに連なり、且つ各ガス導出管15a、15b、15cと合流して、この液体気化装置6からの反応ガスを、図50に示した反応室1へ供給する反応ガス導入管7と、ガス導入管14a、14b、14c、ガス導出管15a、15b、15c、バイパス管16a、16b、16c、反応ガス導入管7を、これらの温度を検出する温度センサー（図示せず）と協働して一定温度に加熱保持するためのヒーター8とを備える。

この図51に示した液体気化装置では、バルブ21a、21b、21cを開けて液補給管13a、13b、13cを通じて所定の液体材料（図示せず）を、所定の温度に加熱保持された気化器10a、10b、10cに導入し、その後バルブ18a、18b、18c及びバルブ20a、20b、20cを開けるとともにバルブ19a、19b、19cを閉じて、窒素ガス流量調整器11a、11b、11cで制御された一定流量の窒素ガスをガス導入管14a、14b、14cより気化器10a、10b、10cに導入して前記液体材料の気化を行う。気化器10a、10b、10c内でそれぞれの液体材料が気化して生成された気化ガス及びそこに導入された窒素ガスはガス導出管15a、15b、15cより導出され、窒素ガス流量調整器11dで一定流量に制御されて反応ガス導入管7内を流れる窒素ガスと合流し、図50に示した反応室1に供給される。

この時、気化器10a、10b、10c内で一定温度に加熱保持されている液体材料に低温の窒素ガスを吹き込むことにより液温度が変動するのを防ぐため、ガス導入管14a、14b、14cでは、導入する窒素ガスが前記液体材料と同じ温度になるようにヒーター8により常時加熱保持される。また、ガス導出管15a、15b、15c及び反応ガス導入管7は、これらの配管内でTEOS気化ガスの温度が低下し再液化するのを防ぐため、ヒーター8により気化時の温度以上の温度に常時加熱保持される。

液体材料の気化を行わない時は、バルブ19a、19b、19cを開けるとともにバルブ18a、18b、18c及びバルブ20a、20b、20cを閉じて、窒素ガスを気化器10a、10b、10cへ通さずにバイパス管16a、

16b、16cを通してガス導出管15a、15b、15cへ導いて、窒素ガスのみを反応ガス導入管7へ流す。

次に図51に示した従来の液体気化装置の気化器として、液体材料としてTEOS液を用いる気化器10aについて説明し、TMPO液、TEB液を用いる気化器10b、10cについては構成部品及び動作が同一のため説明を省略する。この種の気化器は一例として図52の断面図に示すように構成されており、以下この気化器について同図に基づいて説明する。図52において、TEOS液Aを収容する容器23内には、TEOS液Aの温度を検出する温度センサー24とTEOS液Aの液面Bを検出する液面センサー25とが配置されている。液面センサー25はその先端に、液面Bとの接触状態を検出する円錐状の液面検知部26を有している。27は温度センサー24を用いてTEOS液Aを一定温度に加熱保持するヒーターである。図51にも示されているように、容器23の上面には、バルブ21aを備えた液補給管13a、バルブ18aを備えたガス導入管14a、バルブ20aを備えたガス導出管15a及び圧力計30がそれぞれ接続され、これらは容器23内部に連通されている。ガス導入管14aの先端（下端）には、TEOS液A中に窒素ガスを吹き込むバブリング管28が一体的に接続され、このバブリング管28は容器23の上面を貫通してその内部に延びており、その先端にはメッシュ29が設けられている。また、容器23の下部には、バルブ22aを備えたドレイン管17aが接続されている。容器23内において液面Bの上方には内部空間Cが形成され、この内部空間Cの圧力が圧力計30により検出される。ガス導出管15aには、圧力計30で検出された圧力値に基づいて容器内部空間Cの圧力を調整する圧力調整器31が設けられている。

この図52に示した気化器10aには、気化を行う前に、バルブ20a、21aを開け、バルブ18a、22aを閉じて、容器23内に液面Bが、液面センサー25の液面検知部26に達するまでTEOS液Aを注入した後、バルブ20a、21aを閉る。容器23内のTEOS液Aは温度センサー24により液

温を検知され、これによってヒーター 27 で常時一定温度に加熱保持される。

次に気化を行う時には、バルブ 18a、20a、21a、22a が総て閉じられた状態からバルブ 18a、20a を開け、バブリング管 28 の先端のメッシュ 29 より容器 23 内の TEOS 液 A 中に窒素ガスを吹き込む。このようにして吹き込まれた窒素ガスは TEOS 液 A 中で気泡 D となり、この気泡 D が液面 B まで TEOS 液 A 中を上昇していく間に、気泡 D 中に TEOS 液 A が気化していく。この気化は気泡 D の窒素ガス中に TEOS 気化ガスが飽和するまで続き、飽和に達するとそれ以上は気化していかない。この時の TEOS 気化ガス量は次式で表される。

$$G_T = P_T \div (P - P_T) \times G \quad (1)$$

この式 (1) 中、 $G_T$  は TEOS 気化ガス量、 $G$  は TEOS 液 A 中に吹き込まれた窒素ガス量、 $P_T$  は一定温度に加熱保持されている TEOS 液 A の蒸気圧、 $P$  は気泡 D 内の窒素ガスの圧力で、これは容器内部空間 C の圧力と同一である。

気泡 D が液面 B に達すると、気泡 D 中の窒素ガスと TEOS 気化ガスは容器内部空間 C へ出ていき、さらにこの容器内部空間 C からガス導出管 15 を通って容器 23 外へ導出される。

また気化を行わない時には、バルブ 18a を閉じて窒素ガスを容器 23 内の TEOS 液 A 中に吹き込まない。さらに前述の気化は液面 B から容器内部空間 C へも、前記空間内の TEOS 気化ガスの分圧が前記の TEOS 液 A の蒸気圧と等しくなるまで起こっているので、バルブ 20a を閉じて TEOS 気化ガスを容器 23 から外へ出さないようにする。

尚、容器 23 より TEOS 液 A を排出する時には、バルブ 18a、20a、21a、22a を閉じた状態からバルブ 18a、22a を開けて、バブリング管 28 より容器 23 内に窒素ガスを吹き込み、ドレイン管 17a より TEOS 液 A を圧送、排出する。

従来の気化器の一例として図 52 に示した気化器について説明してきたが、他の一例として図 53 に断面図で示される気化器 10a' があり、以下この気化器

について同図に基づいて説明するが、図 5 2 に示した気化器と同一の構造及び動作については説明を省略する。

図 5 3 において、3 2 は、容器 2 3、液補給管 1 3、ガス導入管 1 4 a、ガス導出管 1 5 a、ドレイン管 1 7 a、及びそれらに設けられたバルブ 1 8 a、2 0 a、2 1 a、2 2 a、圧力計 3 0、圧力調整器 3 1 を内包する恒温槽で、この恒温槽 3 2 の上部には、その内部の温度を検出する温度センサー 3 3 が設けられ、また、恒温槽 3 2 の側壁内面には、温度センサー 3 3 によって検知された温度により恒温槽 3 2 内部を一定温度に加熱保持するヒーター 3 4 が設けられている。この図 5 3 に示した気化器 1 0 a' では、容器 2 3 やその内部の T E O S 液 A 等の恒温槽 3 2 の内部にあるものは、ヒーター 3 4 によって一定温度に加熱保持されているので、図 2 3 に示した温度センサー 2 4 及びヒーター 2 7 は設けられていない。

図 5 3 の気化器 1 0 a' の場合にも、容器 2 3 への T E O S 液 A の注入、容器 2 3 での T E O S 液 A の気化及び容器 2 3 からの T E O S 液 A の排出は、前述した図 5 2 の気化器 1 0 a の場合と同じである。

図 5 2 に示した気化器 1 0 a 及び図 5 3 に示した気化器 1 0 a' とともに、容器 2 3 内の T E O S 液 A の気化に伴い液面 B が低下していくので、ある時期に気化を停止し、前述したのと同じ方法で再び容器 2 3 内の液面センサー 2 5 の液面検知部 2 6 まで T E O S 液 A を供給する。

上述した図 5 2 の従来の気化器 1 0 a では、容器 2 3 に設けられたヒーター 2 7 は容器 2 3 の下部側面に位置しているため、容器 2 3 内に加熱保持されている T E O S 液 A は気化を行なっていない間に上下で温度差が生じ、上部の方が下部より高い温度になる。この状態で気化を行なうと、T E O S 液 A は気泡 D により攪拌され、上下の温度が異なる部分が混ざることにより、T E O S 液 A 全体の温度が変動する。この温度変動を実測した例を図 5 4 に示す。

このような T E O S 液 A の温度変動が生じると、前述した気化量の式 ( 1 ) において T E O S 液 A の蒸気圧が変わり、これによって発生する気化ガス量が変動



する。気化ガス量が変動すると、この気化ガスにより半導体ウエハ上に形成される反応生成膜の成膜成長速度も変動する。また、このようにTEOS液Aの温度が変動している間は成膜を行なわないとすると、容器23内のTEOS液Aの温度が初期設定温度に復帰し、安定するまで成膜を待たなければならないので、成膜に要する時間が増大する。

また、図52に示した気化器10aでは、容器23内のTEOS液Aが気化するにつれて減少して液面Bが低下すると、TEOS液Aの気化ガス量も減少していく。図55はバブリングによる気化を開始してから時間経過によるTEOS気化ガス量の変化を示したもので、この図からバブリングによる気化により液面Bが低下していき、TEOS気化ガス量が減少していくのがわかる。

従って、TEOS気化ガス量の減少により、この気化ガスにより半導体ウエハ上に形成される反応生成膜の成膜成長速度が減少する。図56は成膜成長速度と気化器としての容器23内のTEOS液量の関係を示したグラフで、これから液量に依存して成膜成長速度が小さくなっているのがわかる。

この液面Bの低下につれて気化ガス量が減少していく主要因の1つは、容器内部空間Cから温度センサー24、液面センサー25、バブリング管28を伝わって容器23外部へ熱の逃げがあり、液面Bの低下につれて容器内部空間Cへの温度センサー25、バブリング管28の露出が多くなることによる前記熱の逃げが増大し、その結果、この容器内部空間Cの温度が低下してTEOS液Aの温度より低い温度になり、容器内部空間CでTEOS液Aの再液化が起こることにより、気化ガス量が減少していくからである。

また、この液面Bの低下につれて気化ガス量が減少していく他の主要因は、液面Bが低下するにつれて容器内部空間Cが増大し、容器内部空間C内の気体の容器23側壁に接する部分の面積が増大し、この容器内部空間Cから容器23の外部への熱の逃げが増大し、その結果この容器内部空間Cの温度が低下してTEOS液Aの温度より低い温度になり、容器内部空間CでTEOS液Aの再液化が起こることにより、気化ガス量が減少していくからである。

以上の問題点は図 5 2 に示した気化器についてであり、図 5 3 に示した気化器では容器 2 3 は恒温槽 3 2 の内部で一定温度に加熱保持されているため、液面 B が低下しても容器内部空間 C から容器 2 3 の外部への熱の逃げが増大することは無く、従って T E O S 液 A の再液化による気化ガス量の減少は生じない。しかしながら、実際の恒温槽 3 2 でも内部はすべて一定温度に加熱保持されているわけではなく、特に温度センサー 3 3、ヒーター 3 4 から遠い部分の温度は設定温度より低くなっており、容器内部空間 C から容器 2 3 の外部への熱の逃げが存在し、これにより前述したのと同様の T E O S 液 A の再液化による気化ガス量の減少が生じている。

また上述した従来の気化器では、図 5 2、図 5 3 に示したもののどちらについても、前述した通り、一定期間で容器 2 3 内に T E O S 液 A を供給する必要があるが、この供給される T E O S 液 A の温度が容器 2 3 内で一定温度に加熱保持されている T E O S 液 A の温度と同一でないと、液供給後に容器 2 3 内の T E O S 液 A の温度が変動する。液温度の変動は、前述したように、気化ガス量変動による反応生成膜の成膜成長速度の変動及び液温度が安定するまでの成膜待ち時間を生じさせる。

この温度変動については、図 5 3 に示した恒温槽 3 2 内部で容器 2 3、T E O S 液 A を一定温度に加熱保持している気化器では、容器 2 3 は周囲の雰囲気より全体が加熱されているため、前述した図 5 2 の気化器におけるような T E O S 液 A の上下の温度差は生じにくい。が、容器 2 3 に直接ヒーターを設けて加熱していないため、元の制御温度に戻るまでの時間が図 5 2 で示す気化器より長くなる。

上記の液変動をなくすため、さらに他の従来例として図 5 7 に示す気化器では、恒温槽 3 2 の内部にリザーバタンク 3 5 を設け、このリザーバタンク 3 5 内で、容器 2 3 内の T E O S 液 A と同じ温度に加熱保持した T E O S 液 A を容器 2 3 に供給する。

しかしこの方法では、恒温槽 3 2 が大きなものになってしまい、さらに恒温槽

32の内部温度より低い温度の液をリザーバタンク35に入れると、これにより恒温槽35内の温度が低下してしまい、気化ガス量が低下して、元の制御温度に戻るまでに時間がかかる。

ところで、バブリング管28にメッシュ29を用いない場合は、図58に示すように、気泡Dの体積が大きてその個数が少ないバブリング状態で気化が行なわれることとなる。この時は窒素ガスの体積当たりのTEOS液Aに触れる面積が少ないので、TEOSは飽和に達するまで窒素ガス中に十分気化しない。

気化が十分飽和に達していれば、気泡D中の窒素ガスがTEOS液Aに触れる時間が短かくなっても飽和気化量のまま変動はないが、飽和に達していない状態、またはぎりぎり飽和状態にある時は、前記液面Bが低下し気泡DがTEOS液A中を上昇する時間が短くなり、気泡D中の窒素ガスがTEOS液Aに触れる時間も短くなる。従って、気化状態は飽和に達しなくなり、気化器からの気化量は減少することになる。

この時気泡DがTEOS液A中を上昇する距離を長くして、気泡D中の窒素ガスがTEOS液Aに触れる時間が十分長なるようにすると、気化は飽和に達するようになり、前記の液面低下による気化量の減少は無くなるが、この方法では容器の高さ方向の寸法を大きくする必要があり、気化器の大きさが大きくなってしまふという問題が生じる。

また気化が十分飽和に達していない時には、図59に示すように、液面B、気泡Dが液面Bで弾けた時に発生して容器内部空間Cで容器23の内面に付着した液滴Eや、同様に発生して気化ガス中に存在するミストFから容器内部空間Cへ気化が生じ、これら液面B、液滴E、ミストFの状態は一定に安定していないので、気化器からの気化量が変動することになる。

また気化が十分飽和に達していない時には、通常の気化ガス量は飽和時の量以下であり、バブリングによる気化を行っていない間は、図52で示す液面Bより容器内部空間CにTEOS液Aが気化していき、容器内部空間Cには飽和に達したTEOS気化ガスが溜まるので、気化開始直後には、前記図55に示すよう

に、溜まっている飽和気化ガスが流れ出て通常の飽和していない気化ガス量になるまで気化量が多い状態がしばらく続くことになる。

さらに、TEOS液A中に吹き込まれる窒素ガス量が多くなったり、気泡Dが大きくなって液面Bの変動が大きくなるにつれて、液滴EやミストFの発生量は多くなり、発生量が多くなると、その一部は容器23からガス導出管15aや液補給管13aへ出ていき、以後配管内に付着して溜まり、これが再び気化して容器内部空間Cへ流入したりして気化量が変動することになる。

このために従来の気化器においては、図60に拡大して示すように、バブリング管28の先端部にメッシュ29を設け、これよりTEOS液A中に吹き込まれる窒素ガスの気泡Dを小さくして気化を飽和に近づけて、気泡Dの破裂時の液面Bの変動を小さくして液滴EやミストFの発生を極力少なくするようにしている。しかし実際の気化器においては、このメッシュ29は目が細かいため、図60に示すように、メッシュ29の表面で気泡同士がくっついて大きな気泡Dとなってしまうている。

またTEOS液A中へ窒素ガスを吹き込むメッシュ29が一ヶ所のため、気泡Dが液面Bに達するまでに通過するTEOS液Aの範囲が狭く、バブリング管28の周辺のみで気化が行われており、窒素ガス流量が多くなっても、気泡D同士がTEOS液A中でくっつき、窒素ガスがTEOS液Aと接する面積は大きくならず、飽和しにくくなる。

さらにまた、上述した図52、図53に示した従来の気化器10a、10a'は、前述したように、一定期間で気化を停止させて、容器23にTEOS液Aを供給する必要がある。この液供給は前述した方法で行われるが、この時液面Bの高さを決めるのは液面センサー25である。

しかしながら、液面センサー25の液面Bの検出はそれほど精度がよいものではなく、再現性よくTEOS液Bを同じ液面高さまで供給することができないので、前述したように液面高さの変動による気化量変動の問題が発生する。

これに加えて、液面センサー25の液面検知部26が反応性の強いTEOS液

Aの反応生成物で汚れて液面Bを検知できなくなった場合、前記液供給の際に、TEOS液Aが容器23よりガス導出管15aを通過して溢れ出し、図51に示す気化器10aより反応ガス導入管7を通過して、図50に示す反応室1までTEOS液Aが流れるという問題が生じる。

この問題について、図52、図53に示す前述の従来例では、液面接触式のセンサー25を用いていたが、他の方式、例えば図61に示すような、発光器37より液面Bにレーザー光Gを反射させて受光器38で受けることにより液面Bの位置を検出する方式のセンサーでも、液面Bの動きによる検知精度の低下、発光器37、受光器38の汚れにより正常に作動しなくなる問題があり、また図62に示すような、液面B上にフロート38を用いて液面Bの位置を検出する方式のセンサーでも、同じく液面Bの動きによる検知精度の低下があり、加えてフロート38の可動部よりの発塵が心配されるので、センサーの方式を変えても精度の良い液面の検出は期待できない。

さらにまた、上述した図52、図53に示した従来の気化器10a、10a'では、気化を行なうための容器23は不透明な材料により形成されているため、窒素ガスをTEOS液Aに吹き込んで気化を行なっている時に、この気化の状態を確認することができないので、この時にTEOS液Aの反応生成物のメッシュ29等への付着や容器23内部の部材の劣化による破損等の原因で、気泡Dの大きさ、液面Bの変動状態等の気化の状態が変化した時、それを確認することができない等種々の問題があった。

この発明は、上記のような課題を解決するためになされたものであり、バブリングにより気化される液体の容器内における液面レベルを精度よく所定範囲に保持させることができる液体気化装置を提供することを目的とする。

この発明の他の目的は、バブリングによる気化を飽和に近づけ、液滴の飛散、付着、さらに液温、容器温度の変動を無くして、気化量の変動を防止することにより安定した反応ガスの供給が可能な液体気化装置を提供することにある。

この発明さらに他の目的は、容器内の液体の温度を変動なく一定に保持すると

ともに、容器内の液上部の空間の温度をも変動なく一定に保持し、且つ容器内の液面の高さを一定に保って気化による液滴の飛散、付着を無くし、気化の状態を一定に保つことで発生する気化ガス量の変動を無くして一定に安定させることにある。

#### 発明の開示

この発明の請求項 1 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内で前記液体に浸される部分の容器内面に、前記液体の自然対流を乱さないように設けられ、前記容器内面から前記液中に向かって延びる熱伝導性の良い部材とを備えるものである。

この発明の請求項 2 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内の前記液体の液面を検出する液面検出手段とを備え、前記バブリング管、前記温度検出手段及び前記液面検出手段の前記容器内に配置されている総ての部分が、前記容器内の前記液体の液面より下の位置に配置される。

この発明の請求項 3 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する

容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記容器内において前記液体の液面上に形成される容器内部空間の温度を検出する第2温度検出手段と、前記容器内部空間のみを覆うように前記容器に設けられ、前記第2温度検出手段の検出温度を使用して前記容器内部空間の温度が、前記液体の温度と等しくなるように制御する第2温度調節手段とを備える。

この発明の請求項4に係る液体気化装置は、前記第2温度調節手段の前記容器側面に配置された部分の下端と前記容器内の前記液体の液面との間に存在する、前記容器の部分が熱伝導性の低い材料で構成される。

この発明の請求項5に係る液体気化装置は、前記容器の側面下部の前記第2温度調節手段が設けられていない部分に、前記容器の側壁部よりも熱伝導性の良い部材が容器外面から外側に向かって突出するように設けられる。

この発明の請求項6に係る液体気化装置は、前記第2温度調節手段の前記容器側面に配置された部分は、温度調節を行うのに有効な部分の長さを前記容器の高さ方向に変化させうるように構成される。

この発明の請求項7に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度

調節手段と、前記容器内において前記液体の液面上に形成される容器内部空間の温度を検出する第2温度検出手段と、前記容器内部空間に設けられ、前記第2温度検出手段の検出温度を使用して前記容器内部空間の温度が、前記液体の温度と等しくなるように制御する第2温度調節手段とを備える。

この発明の請求項8に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記容器の上部に、前記容器内部空間を覆うように設けられ、且つ内部に、前記バブリング管、前記ガス導出管、前記液補給管及び第1温度検出手段の容器外部へ延出された部分を包み込むよう閉鎖空間が形成されたカバーと、前記カバー内の閉鎖空間の温度を検出する第2温度検出手段と、前記カバーに設けられ、前記第2温度検出手段による検出温度を使用して前記カバー内の閉鎖空間の温度を、前記容器内の液体の温度に等しくなるように制御する第2温度調節手段とを備える。

この発明の請求項9に係る液体気化装置は、前記容器の側面に接する前記カバーの底面が、該容器に沿って上下に移動しうるように構成される。

この発明の請求項10に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する第1容器と、前記第1容器内に配置され、且つ下部に、前記第1容器内の前記液体を流入させるための開口部を有する第2容器と、前記第1容器及び第2容器を貫通して該第2容器内の液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記第1容器を貫通して前記第2容器の上部に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記第2容器外に取り出すガス導出管と、前記第1容器内に前記液体を補給する液補



給管と、前記第 2 容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記第 1 容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、前記第 2 容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備える。

この発明の請求項 1 1 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とからなり、前記容器の上面は、前記ガス導出管の取付部を頂点として、そこから前記容器の側面に向かって傾斜する山形状に形成される。

この発明の請求項 1 2 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内において前記ガス導出管の取付部の直下に設けられ、前記ガス導出管の内径よりも大きな平面積を有し、且つ中心部が上方に凸になっている遮蔽板とを備える。

この発明の請求項 1 3 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出

管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内で前記液体の液面上に形成される容器内部空間において、前記ガス導出管と開口端と前記液面との間に該容器内部空間を横断するように、且つ外周部を前記容器の内側面に接するように設けられ、気体を透過させるが液体の通過を阻止するフィルター手段とを備える。

この発明の請求項 14 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記バブリング管は、その先端に、上面に複数の小穴を有する中空の拡散板を備えており、その拡散板の平面積は、前記バブリング管の断面積より広くが前記容器の内側断面積より狭くなっている。

この発明の請求項 15 に係る液体気化装置は、前記拡散板に、その上面の前記小穴を覆うように、気体を通すが液体を通さないフィルターが設けられる。

この発明の請求項 16 に係る液体気化装置は、前記拡散板に超音波発振子を取り付けられる。

この発明の請求項 17 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温

度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記バブリング管は、その先端部を細く絞った形状に構成される。

この発明の請求項 18 に係る液体気化装置は、前記バブリング管の先細の先端部には、その中心部で、一端が前記気体の噴出方向に開口するとともに、他端が前記液体中に連通する通路が形成されている。

この発明の請求項 19 に係る液体気化装置は、前記バブリング管は、その先端部が、前記容器内の前記液体中であって、液面に近い部分に下向きになるように配置される。

この発明の請求項 20 に係る液体気化装置は、前記バブリング管は、その先端部が、前記容器内の前記液体中であって、容器底部に近い位置に、水平で前記容器の側面に沿う方向に向けて配置される。

この発明の請求項 21 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記容器の側面上部には、前記液体を外部にオーバーフローさせる開閉可能な開口部が設けられている。

この発明の請求項 22 に係る液体気化装置は、前記液補給管に連なり、該液補給管を介して前記容器へ前記液体を補給する補給容器が前記容器より下方位置に設けられるとともに、前記開口部と前記補給容器とはオーバーフロー管で連結されている。

この発明の請求項 23 に係る液体気化装置は、前記液補給管に、前記補給容器から前記容器へ前記液体を圧送するためのポンプが設けられている。

この発明の請求項 2 4 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内の前記液体中に設けられ、液面の減少に応じて容積が膨張する容積可変な液面調整容器とを備える。

この発明の請求項 2 5 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記容器の内部は、隔壁により、前記バブリング管及び前記ガス導出管を有する液体気化部と、前記液補給管を有する液体補給部とに区画され、且つ前記隔壁上部には、前記液体気化部内の前記液体を前記液体補給部側にオーバーフローさせる開口部が設けられ、さらに液循環用配管により前記液体補給部を前記液体気化部に連結するとともに、この液循環用配管中に、前記液体を前記液体補給部から前記液体気化部へ補給するためのポンプが設けられている。

この発明の請求項 2 6 に係る液体気化装置は、前記液循環用配管中に、そこを流れる液体中の不純物を除去するためのフィルターが設けられている。

この発明の請求項 2 7 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き

込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記容器の内部は、隔壁により、前記バブリング管及び前記ガス導出管を有する液体気化部と、前記液補給管を有する液体補給部とに区画され、且つ前記隔壁上部には、前記液体気化部内の前記液体を前記液体補給部側にオーバーフローさせる開口部が設けられ、さらに液循環用配管により前記液体補給部を前記液体気化部に連結するとともに、この液循環用配管の一端が、前記液体補給部内の前記液体中に浸漬されるとともに、他端が、前記液体気化部に配置された前記バブリング管の先細の先端部内に形成された通路に接続される。

この発明の請求項 28 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記液補給管は、前記容器内の液面よりも下方の位置で該容器へ接続される。

この発明の請求項 29 に係る液体気化装置は、前記液補給管中に、そこを流れる液体の流量を検知、制御する流量調節手段が設けられるとともに、前記液補給管の前記流量調節手段と前記容器との間にバルブが設けられている。

この発明の請求項 30 に係る液体気化装置は、前記液補給管に、前記流量調節手段と前記バルブとを迂回するバイパス管が接続され、このバイパス管にバルブ

が設けられている。

この発明の請求項 3 1 に係る液体気化装置は、前記液補給管に、そこを流れる液体の圧力を検出する圧力検出手段と、その圧力検出手段により検出された圧力に基づいて前記液体の供給圧力を制御する圧力調節手段とが設けられている。

この発明の請求項 3 2 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する第 1 容器と、前記第 1 容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記第 1 容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記第 1 容器外に取り出すガス導出管と、前記第 1 容器に設けられて該第 1 容器内の前記液体の温度を検出する第 1 温度検出手段と、前記第 1 容器に設けられ、前記第 1 温度検出手段により検出された温度を使用して、該第 1 容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第 1 温度調節手段と、前記第 1 容器の下方に配置され、その第 1 容器内に定常的に供給される前記液体の量より多量の液体を貯溜する第 2 容器と、前記第 2 容器に設けられて該第 2 容器内の前記液体の温度を検出する第 2 温度検出手段と、前記第 2 容器に設けられ、前記第 2 温度検出手段により検出された温度を使用して、該第 2 容器内の前記液体を前記第 1 容器内の液温に等しい温度に加熱保持する第 2 温度調節手段と、前記第 2 容器を前記第 1 容器の下部に接続して、前記第 2 容器から前記第 1 容器内へ前記液体を補給するバルブ付きの液補給管とを備える。

この発明の請求項 3 3 に係る液体気化装置は、前記第 2 容器の内部で、前記液補給管が接続されている上部と、この第 2 容器に液体を供給する配管が接続されている下部との間に、液体の流路が長くなるように仕切り板が設けられている。この発明の請求項 3 4 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内の液面よりも下方の位置で該容器へ接続され、前記容器内

へ前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記液補給管内部の液体の温度を検出する第2温度検出手段と、前記第1及び第2温度検出手段により検知した温度に基づいて前記液補給管内の液体の温度を前記容器内の液温と等しくなるように制御する第2温度調節手段とを備え、前記液補給管の温度調節が行なわれている部分の容積が前記容器に一回に供給する液量よりも大きく形成されている。

この発明の請求項35に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内の液面よりも下方の位置で該容器へ接続され、前記容器内へ前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記液補給管内部の液体の温度を検出する第2温度検出手段と、前記第1及び第2温度検出手段により検知した温度に基づいて前記液補給管内の液体の温度を前記容器内の液温と等しくなるように制御する第2温度調節手段と、前記液補給管内を流れる液体の流量を制御する流量調節手段とを備える。

この発明の請求項36に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された

温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器に設けられ、その内部の音若しくは該容器の振動を検出する手段とを備える。

この発明の請求項 37 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記ガス導出管が他の配管と合流する手前の位置に設けられ、該ガス導出管内を流れる気化ガスの流量を一定に制御する気化ガス安定手段とを備える。

この発明の請求項 38 に係る液体気化装置は、前記気化ガス安定手段は、前記ガス導出管からの気化ガスを導入、導出する配管を上部に接続されるとともに、ドレイン管を下部に接続された第 2 容器と、この第 2 容器の内部の温度を検出する第 2 温度検出手段と、この第 2 温度検出手段により検出された温度に基づいて前記第 2 容器内の温度を制御する第 2 温度調節手段とを備える。

この発明の請求項 39 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記容器に連なる前記ガス導出管が、各々にバルブを設けて二つに分岐され、一方の分岐管が前記気化ガスを使用する部所に、他方の分岐管が排気管に夫々接続される。



-23-

この発明の請求項 4 0 に係る液体気化装置は、気化させる液体を一定量保有する複数の容器と、前記各容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記各容器に設けられ、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記各容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記各容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記各容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記各容器に連なる前記各ガス導出管が、各々にバルブを設けて二つに分岐され、一方の分岐管が前記気化ガスを使用する部所に、他方の分岐管が排気管に夫々接続され、また各ガス導出管から分岐した前記一方の分岐管同士が、分岐点と前記気化ガスを使用する部所との間で合流される。

この発明の請求項 4 1 に係る液体気化装置は、前記複数の容器からのガス導出管同士が合流されて形成された 1 本の配管を、前記容器に近い側が前記分岐点より上方になるように傾け、またこの配管を二つに分岐させる際に、前記気化ガスを使用する部所に接続される一方の分岐管は上方に、排気管に接続される他方の分岐管は下方に分岐される。

この発明の請求項 4 2 に係る液体気化装置は、前記各ガス導出管の合流部では、前記各ガス導出管が各々別個に上方より、前記容器で発生させた気化ガスを使用する部所に連なる配管に合流する。

この発明の請求項 4 3 に係る液体気化装置は、前記複数の容器を、各容器に付設された前記バブリング管、前記ガス導出管、前記温度検出手段及び前記温度調節手段とともに、互いに分離されるように断熱性部材で覆った。

#### 図面の簡単な説明

図 1 はこの発明の第 1 実施例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 2 はこの発明の第 2 実施例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 3 はこの発明の第 3 実施例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 4 はこの発明の第 4 実施例による液体気化装置上部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 5 はこの発明の第 5 実施例による液体気化装置下部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 6 はこの発明の第 6 実施例による液体気化装置上部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 7 は図 3 で示したこの発明の第 3 実施例でのヒーターの位置と液面の移動を示す垂直方向の断面図である。

図 8 は図 3 で示したこの発明の第 3 実施例でのヒーターの位置と液面の移動を示す垂直方向の断面図である。

図 9 はこの発明の第 7 実施例による液体気化装置上部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 10 はこの発明の第 8 実施例による液体気化装置上部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 11 はこの発明の第 9 実施例による液体気化装置上部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 12 はこの発明の第 10 実施例による液体気化装置上部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 13 はこの発明の第 11 実施例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 14 はこの発明の第 12 実施例による液体気化装置上部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 15 はこの発明の第 13 実施例による液体気化装置上部の構成を示す垂直方

向の断面図である。

図 1 6 はこの発明の第 1 4 実施例による液体気化装置上部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 1 7 はこの発明の第 1 5 実施例による液体気化装置上部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 1 8 はこの発明の第 1 6 実施例による液体気化装置下部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 1 9 はこの発明の第 1 7 実施例による液体気化装置内の拡散板を示す垂直方向の断面図である。

図 2 0 はこの発明の第 1 8 実施例による液体気化装置内の拡散板を示す垂直方向の断面図である。

図 2 1 はこの発明の第 1 9 実施例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 2 2 はこの発明の第 2 0 実施例による液体気化装置下部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 2 3 はこの発明の第 2 1 実施例による液体気化装置下部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 2 4 はこの発明の第 2 2 実施例による液体気化装置下部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 2 5 はこの発明の第 2 3 実施例による液体気化装置下部の構成を示す水平方向の断面図である。

図 2 6 はこの発明の第 2 4 実施例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 2 7 はこの発明の第 2 5 実施例による液体気化装置及び別容器の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 2 8 はこの発明の第 2 6 実施例による液体気化装置及び別容器の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 29 はこの発明の第 27 実施例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 30 はこの発明の第 28 実施例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 31 はこの発明の第 29 実施例による液体気化装置及び別容器の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 32 はこの発明の第 30 実施例による液体気化装置上部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 33 はこの発明の第 31 実施例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 34 はこの発明の第 32 実施例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 35 はこの発明の第 33 実施例による液体気化装置下部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 36 はこの発明の第 34 実施例による液体気化装置下部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 37 はこの発明の第 35 実施例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 38 はこの発明の第 36 実施例による液体気化装置と液補給槽の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 39 はこの発明の第 37 実施例による液体気化装置と液補給槽の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 40 はこの発明の第 38 実施例による液体気化装置下部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 41 はこの発明の第 39 実施例による液体気化装置下部の構成を示す垂直方向の断面図である。

図 42 はこの発明の第 40 実施例による液体気化装置上部の構成を示す垂直方

向の断面図である。

図43はこの発明の第41実施例による気化システムの構成を示す模式図である。

図44はこの発明の第41実施例による気化ガス安定器の構成を示す垂直方向の断面図である。

図45はこの発明の第42実施例による成膜装置の配管構成を示す模式図である。

図46はこの発明の第43実施例による成膜装置の配管構成を示す模式図である。

図47はこの発明の第44実施例による成膜装置の配管構成と気化システムの配管構成を示す模式図である。

図48はこの発明の第45実施例による成膜装置の配管構成と気化システムの配管構成を示す模式図である。

図49はこの発明の第46実施例による気化システムの配管構成を示す模式図である。

図50は従来例による化学気相成長装置の構成を表す模式図である。

図51は従来例による液体気化装置の構成を示す模式図である。

図52は従来例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図53は従来例による液体気化装置の構成を示す垂直方向の断面図である。

図54は従来例の図52に示した液体気化装置の温度変動を表すグラフである。

図55は従来例での図52に示した液体気化装置で発生させた気化ガス量の変化を示したグラフである。

図56は従来例での図52に示した気化容器内の液量と成膜反応室での半導体ウエハ上への成膜速度の関係を示すグラフである。

図57は従来例による液体気化装置とリザーバータンクの構成を示す垂直方向の断面図である。

図58は従来例による液体気化装置下部の構成とバブリングによる気化状態を示す垂直方向の断面図である。

図59は従来例による液体気化装置上部の構成とバブリングによる気化状態を示す垂直方向の断面図である。

図60は従来例による液体気化装置上部の構成とバブリングによる気化状態を示す垂直方向の断面図である。

図61は従来例による液体気化装置内部の液面センサーの作動を示す垂直方向の断面図である。

図62は従来例による液体気化装置内部の液面センサーの作動を示す垂直方向の断面図である。

#### 発明を実施するための最良の形態

この発明の一実施例として、半導体製造プロセスで使用される化学気相成長装置に用いられているびそれを有する液体気化装置に関して説明するが、この発明の一実施例における化学気相成長装置としては、前述した従来の実施例と同様のシリコン酸化膜を形成する化学気相成長装置とするので、本実施例での説明は省略する。

以下、この発明の実施例について説明する。尚、この実施例は半導体製造プロセスで使用されるシリコン酸化膜形成用の化学気相成長装置のTEOS液X1気化用の液体気化装置に関するものである。以下の説明において、上述した従来例と同一または相当部分には同一符号を付してその説明を省略する。

またこの発明の一実施例における気化システムも、前述した従来の実施例と同様に気化を行う液体材料として、珪酸エチル（以下TEOSと略す）、正燐酸トリメチル（以下TMPOと略す）、ほう酸トリエチル（以下TEBと略す）をもちいるものとし、この内TMPO、TEBを用いる気化器についてはTEOSを用いるものと同様の構成、作動とするので、本実施例での説明は省略する。

以下、この発明の一実施例として、液体材料としてTEOS液を常温より高温

に加熱保持して用い、この液中に流しバブリングにより気化を行なうための気体として窒素ガスを用いる液体気化装置と、この液体気化装置を有する気化システムについて、図に基づいて説明する。

図1はこの発明の第1実施例による液体気化装置の構成を示す縦断面図である。図1において、容器23の底部外側面には、加熱手段としてのヒーター27aが設けられており、容器23の底部内側面には、熱伝導性の良い材料からなり、垂直に延びる棒状の突起39が容器23内のTEOS液Aの熱対流を妨げない程度の適当な間隔を存して設けられている。突起39としては、容器底部の熱を伝達しうるものであれば、棒状以外の他の形状でもよい。

次に、図1を参照してこの実施例によるTEOS液Aの加熱保持について説明する。この実施例では、気化を行う前にバルブ15、21を開けるとともにバルブ18、22を閉じて、TEOS液Aを液補給管13から容器23内に注入し、液面Bが液面センサー25の液面検知部26に達してからバルブ15、21を閉じる。容器23内のTEOS液Aは、ヒーター27により容器底部及び突起39を介して効率良く加熱され、温度センサー24によりTEOS液Aの温度が検知される。この時、ヒーター27aに近くて比較的高温に加熱されるTEOS液Aの下部とヒーター27aから離れていて比較的低温に加熱されるTEOS液Aの上部との間に、上下方向の熱対流が発生して、TEOS液Aは上下部の斑なく略均一な温度となる。この状態でTEOS液Aは所定の温度に加熱保持され、その間は熱対流によりTEOS液Aの温度は均一に保たれるため、前述した従来例で発生したような液温変動やそれによる気化量変動が生じることはない。

このように、ヒーター27aにより容器底部を加熱して容器内部のTEOS液Aを所定温度に加熱保持しうるとともに、ヒーター27aからの熱を容器底部より突起39へ伝達して、各突起39の表面からTEOS液A中へ熱を発散させることにより、ヒーター27aによる加熱効率を著しく増大させて、所定の温度に達するまでのTEOS液Aの加熱時間を短くすることができる。

この実施例の上記以外の構成作用は、前述した図52の従来例と略同様であ

る。

図2はこの発明の第2実施例を示している。この図に示すように、温度センサー24、液面センサー25、バブリング管28を液面Bより下のTEOS液A中に設けると、図52の従来例で述べたような、容器内部空間Cから温度センサー24、液面センサー25、バブリング管28を伝わって容器23外部への熱の逃げがなくなり、このような熱の逃げによる液面Bの低下を防止できるので、気化量の減少、成膜成長速度の低下等を効果的に防止することができる。また、前述したような液滴やミストが付着する部分を減少させることになり、気化量を安定させることができる。

次に図3はこの発明の第3実施例を示している。この実施例では、先端を、容器23内の液面上の内部空間Cに臨ませた温度センサー40が容器23の上面に設けられるとともに、容器底面のヒーター27aに加えて、容器23の上面及び側面上部に渡って、すなわち容器内部空間Cを囲むように、ヒーター41が設けられている。これらの点を除けば、この実施例の構成は図1の実施例と略同様である。この第3実施例では、容器23の底面に突起が設けられていないが、図1と同様の突起39を設けてもよい。

この第3実施例では、容器内部空間Cは温度センサー40で検知された温度をもとにしてヒーター41で一定温度に加熱保持されるので、前述した図52の従来例で生じたような、容器内部空間Cから温度センサー24、液面センサー25、バブリング管28を伝わって容器23外部への熱の逃げがなくなり、それによる液面低下に起因する気化量の減少、成膜成長速度の低下を防止することができる。

しかしこの時、ヒーター41の加熱により容器23の側面上部からTEOS液Aの上部に熱が伝わることにより、この部分のTEOS液Aの温度が上昇してしまい、液温の不均一が生じることがある。

このため、図4に示すこの発明の第4実施例のように、容器23の側壁でヒーター41の下端に当たる部分を、ガラスやセラミックス等の断熱材42にするこ



とにより、ヒーター４１からＴＥＯＳ液Ａへの伝熱を小さくでき、上述したような液温の不均一の発生を抑えることができる。

また同様の目的で、図５に示したこの発明の第５実施例のように、容器２３の側壁でヒーター４１の下端に連なる部分に、放熱を行なうためのフィン４３を設けることにより、ヒーター４１から容器２３側壁下部に伝達される熱をフィン４３から放熱させることにより、ＴＥＯＳ液Ａへの伝熱を減少させることができ、従って上述したような液温の不均一の発生を効果的に抑制することができる。

図６はこの発明の第６実施例を示している。この実施例は、容器２３の外側上部にヒーター４１を設けずに、容器２３内の液面Ｂ上の内部空間Ｃに、ヒーター４４が配置されており、この点を除けば、この実施例の構成は図３の実施例と同様である。この第６実施例では、ヒーター４４により容器内部空間Ｃを直接加熱しているので、図３～図５の実施例のように、ヒーター４１を容器２３の外部に配置した場合に比べて、加熱効率が極めて良く、ヒーター４４自体を小型化することができるとともに、電熱費が安く経済的であり、さらに装置自体の外形寸法が大きくなることもない。

次に、前述した図３の液面Ｂ付近を簡略して表した図７に示すように、前記ヒーター４１の下端部を破線で示した気化前の液面Ｂの位置にすると、気化を続けて液面が低下した時は、実線で示した気化後の液面Ｂとヒーター４１の下端との間の容器２３側壁の部分を通して、容器内部空間Ｃから容器２３外へ熱の逃げが生じ、前述したように、この熱の逃げにより液面低下が生じ、この結果気化量の減少や成膜成長速度の低下が起こる。

また、図８に示すように、前記ヒーター４１はその下端部を、実線で表した気化後の液面Ｂの位置にすると、気化を始める前には、破線で示した気化前の液面Ｂがヒーター４１の下端部より上方に位置することとなり、前述したように、該ヒーター下端部によりＴＥＯＳ液Ａの上部が加熱されてその温度が上昇してしまい、液温の不均一が生じる。

このため、図 9 に示すこの発明の第 7 実施例のように、ヒーター 41 を上部と側部に分割するとともに、側部を更に縦方向に複数に分割して、液面 B より下方に位置しているヒーター側部の部分を初め加熱制御しないようにし、その後液面 B の低下につれて液面 B の上方になる部分を加熱制御するようにして、容器内部空間 C の温度を一定になるよう制御すると、前述したような、ヒーター下端部により T E O S 液 A の上部が加熱されてその温度が上昇してしまうという問題を回避することができる。

また、図 10 はこの発明の第 8 実施例を示している。この実施例では、ヒーター 41 を、上部ヒーター 41 a と側部ヒーター 41 b とから構成し、側部ヒーター 41 b を容器 23 の側壁に抵抗線を巻き付けた構造とし、この抵抗線の上端は固定とし、下端は上下方向に可動な接点 45 としてこれらの間に電流を流す構造とする。このような構成により、液面 B の低下につれて前記接点 45 の位置を低下させるようにすると、液面の変動に応じて、側部ヒーター 41 b の縦方向の有効長さを連続して変化させることができるので、高精度で容器内部空間 C の温度を一定に制御することができる。

次に前記の容器内部空間 C の温度を一定にする他の手段として、図 11 に示すこの発明の第 9 実施例について説明する。この図において、容器 23 上部には、その上壁及び側壁上部の容器内部空間 C を覆うようにカバー 46 が設けられ、このカバー 46 は、容器 23 上面に設けられているガス導入管 14 とバルブ 18、同じく容器 23 上面に設けられているガス導出管 15 とバルブ 20、同じく容器 23 上面に設けられている液補給管 13 とバルブ 21、容器内部空間 C の圧力を計測する圧力センサー 30、及びガス導出管 15 に設けられた圧力調整器 31 を総て内包する。また、カバー 46 の上部には、その内部の温度を検出する温度センサーが設けられ、カバー 46 の外部表面全体はヒーター 48 により覆われている。

この図 11 の実施例においては、カバー 46 内部の温度を温度センサー 47 で検知して、この温度をもとにしてヒーター 48 によって加熱、制御を行い、カ

バー４６の内部温度を容器２３の内部空間Ｃと同じ温度に保つため、容器内部空間Ｃからこれを囲むカバー４６内部への熱の逃げがなく、これにより従来問題となっていた液面低下による気化量の減少、成膜成長速度の低下を回避することができる。

また、図１２のこの発明の第１０実施例に示すように、カバー４６の下部のカバー下面４９を上下方向に可動な構造として、カバー下面４９の位置を容器２３内の液面Ｂの高さの位置に調節し、液面Ｂの低下につれて下方に移動させるようにすると、前記図１０の実施例で述べたのと同じ様に、前記図１１の実施例よりさらに精度よく容器内部空間Ｃの温度を一定に制御することができる。

さらにまた、図１３は、前記の容器内部空間Ｃの温度を一定にするさらに他の手段を備えたこの発明の第１１実施例を示している。図１３において、容器２３の内部には、下部が開放されて開口部５１を有する内部容器５０が配置され、図１の第１実施例では容器２３に設けられていたバブリング管２８、ガス導出管１５、温度センサー２４、液面センサー２５及び圧力センサー３０は、容器２３の上壁を貫通して内部容器５０まで延びており、特にバブリング管２８、温度センサー２４及び液面センサー２５の先端（下端）は内部容器５０の上壁を貫通してその内部に延出している。内部容器５０内には、下部の開口部５１より容器１３内のＴＥＯＳ液Ａが流入してその液面Ｂ上には内部空間Ｃが形成されている。

この図１３の実施例では、容器２３内は、内部容器５０の内部のみに形成される容器内部空間Ｃ以外は、ＴＥＯＳ液Ａで満たされている。このため容器内部空間Ｃの周囲は総て一定温度に加熱保持されたＴＥＯＳ液Ａで囲まれているため、この容器内部空間Ｃからの熱の逃げはなく、従って従来のように、容器内部空間Ｃからの熱の逃げにより生じる液面低下による気化量の減少、成膜成長速度の低下が起こることはない。

ところで、図６０の従来例で説明したように、バブリング管２８の先端からメッシュ２９を介して窒素ガスをＴＥＯＳ液Ａ中に噴出させているが、メッシュ

29を通して発生する気泡Dは大きなものとなり、気泡DがTEOS液A中を上昇していく範囲は、バブリング管28の周囲の一部の領域に限られ、比較的狭い範囲である。

この時、図60の従来例に関連して詳述したように、気泡Dが大きい、且つTEOS液A中を上昇していく範囲が狭いと、バブリング管28から流出する窒素ガスの流量に対して窒素ガスとTEOS液Aとが接する面積が小さくなり、窒素ガス中へのTEOS液Aの気化が飽和に達しなくなり、気化量の変動の問題が生じることになる。

また、前述した図59の従来例で説明したように、大きな気泡Dが液面Bに達して弾けた時に液滴Eが飛散して、容器23の内側面に付着する。容器23の側面内側に付着した液滴Eは液面Bへ流れ落ちるが、容器上面内側に付着した液滴Eはそこに付着したまま留まる。

このような状態においては、容器23に付着した液滴Eは容器内空間Cの窒素ガスに触れており、バブリングによる気化が飽和に達してない時、この液滴Eより窒素ガス中にTEOS液Aの気化が起こるので、前記液滴Eの付着量が変わるとこの液滴Eからの気化量が変化し、全体の気化量が変動することになる。

また上記の状態においては、図59に示すように、発生した液滴Eや窒素ガス中のミストFがガス導出管15より容器23外へ出ていくことがあり、後の配管でこれらが気化してしまうと、全体の気化量が変動することになる。

このため、図14に表すこの発明の第12実施例では、容器23の内部上面形状を、ガス導出管15が設けられている部分から容器23の内部側面へ向けて傾斜させている。このような構成により、この容器23内部上面に付着する液滴Eはそこの付着して留まることなく液面Bへ流れ落ちるため、上述したような気化量の変動が起こることはない。

また、図15に表すこの発明の第13実施例では、容器23の内部に、ガス導出管15の直下にガス導出管15の直径より大きな遮蔽板52が設けられている。この実施例では、ガス導出管15へ向かう液滴Eが遮蔽板52により遮られ

るため、上述したようなガス導出管 15 内に付着した液滴 E 等による気化量の変動が起こることはない。また、この遮蔽板 52 を、その中心部が上方に凸になっている形状とすることにより、この遮蔽板 52 に液滴 E が付着して留まることがないため、遮蔽板 52 に付着した液滴 E により気化量の変動が起こることもない。また、図 16 に表すこの発明の第 14 実施例では、液面センサー 25 は、その先端の液面検知部 26 の位置が容器 23 の上壁内面から 50 mm 以上離れるように配置される。このようにして液面 B から容器 23 の上壁内面までの容器内部空間 C の高さを 50 mm 以上にするにより、液面 B から発生する液滴 E が容器 23 の内部上面、ガス導出管 15 にまで達することが無くなるため、前述したような容器上面に付着した液滴 E による気化量の変動が起こることはない。

また、図 17 に表すこの発明の第 15 実施例では、容器 23 の液面 B とガス導出管 15 の下端あるいは容器 23 上壁内面との間に、外側縁部が容器 23 の側壁内面に接するようにフィルター 53 が張設される。また、図示しないが、図 1 の実施例と同様に、容器 23 の底壁にはヒーターが取付けられている。このような構成により、この容器 23 の側壁に接するフィルター 53 は、図示しないヒーターにより加熱された容器 23 の底壁から側壁を介して伝導された熱により加熱されるので、このフィルター 53 はその下方で発生した液滴 E をこれに触れさせて総てを気化させることにより、上記したような液滴 E による気化量の変動が生じることはない。

ところで前述した図 60 の従来例においては、上述した液滴 E に起因する問題を解消するため、発生する気泡 D を小さくする手段として、バブリング管 28 の先端部にメッシュ 29 を設けている。しかし、このようにしても、メッシュ 29 の表面で発生した気泡 D 同士がくっついて大きくなっており、メッシュ 29 を用いることもそれ程有効な解決策にはならない。

図 18 は、上記問題を効果的に解決しうるこの発明の第 16 実施例を示している。この実施例では、バブリング管 28 の先端部には、拡散手段としての、内部が中空の拡散板 54 が取付けられており、この拡散板 54 の上面には複数のガス

吹き出し穴 5 5 が穿設されている。この拡散板 5 4 の上面の面積は、バブリング管 2 8 の断面積より大きく、且つ容器 2 3 の内側断面積より小さい。

次にこの図 1 8 に基づいて、前記拡散手段の動作について説明する。バブリング管 2 8 より窒素ガスが拡散板 5 4 の内部に流され、複数のガス吹き出し穴 5 5 より均等に吹き出され、気泡 D が T E O S 液 A 中の広い範囲を上昇していく。このとき気泡 D を小さくし、拡散板 5 4 の全面から均等に吹き出させるために、ガス吹き出し穴 5 5 の直径を 1 mm 以下とする。また気泡 D 同士がくっついて大きな気泡になるのを防ぐために、ガス吹き出し穴 5 5 のピッチ（間隔）を 3 mm 以上とする。

図 1 9 はこの発明の第 1 7 実施例を示しており、特に拡散手段の変形例を表している。この変形例では、拡散板 5 4 の上面には、ガス吹き出し穴 5 5 を覆うように、気体を通すが液体を通さない性質のフィルター 5 6 が付設され、このフィルター 5 6 により、バブリングを行っていない時に、すなわち窒素ガスをガス吹き出し穴 5 5 より吹き出していない時に、拡散板 5 4 の内部に T E O S 液 A が入ってくるのを防ぐことができ、これによりバブリング開始時の窒素ガスと T E O S 液 A の接触の仕方を一定にして、気化を行なう状態を安定なものにできる。

図 2 0 はこの発明の第 1 8 実施例を示しており、特に拡散手段の他の変形例を表している。この変形例では、上面に複数のガス吹き出し穴 5 5 を有する拡散板 5 4 の下面に、超音波発振子 5 7 が設けられており、この超音波発振子 5 7 を振動させることにより、気泡 D をさらに小さくすることができる。これは、気泡 D がガス吹き出し穴 5 5 から出て、拡散板 5 4 の表面で膨らみ、ある程度の大きさにまでなってからこの表面を離れていく前に、気泡 D が未だ小さなうちに、超音波発振子 5 7 により拡散板 5 4 を振動させて、気泡 D を拡散板 5 4 表面から離すことができるためである。

図 2 1 はこの発明の第 1 9 実施例を示している。この図において、バブリング管 2 8 の先端部には、メッシュの代わりに、ガス噴出用のノズル 5 8 が設けら

れ、このノズル 58 の先端部 59 はバブリング管 28 の断面より狭い断面になるようにテーパ状に細く絞られている。この実施例の上記以外の構成は、突起 39 が設けられていないことを除いて、略図 1 の実施例と同様である。

次に、図 21 に基づいて、この実施例の気化を行う動作について説明する。窒素ガスはバブリング管 28 からノズル 58 を通って T E O S 液 A 中に吹き出され、この時ノズル先端 59 の断面はバブリング管 28 の断面より狭いので窒素ガスの流速は速くなり、発生する気泡 D は互いにくっついて大きくなる前に吹き飛ばされて小さな気泡 D となるため、気化を飽和に近づけることができる。

図 22 はこの発明の第 20 実施例を示しており、図中のノズル 58 a は、前記した図 21 のノズル 58 と同様に、その先端部 59 a がバブリング管 28 の断面より狭い断面になるようにテーパ状に細く絞られているのに加えて、ノズル 58 a の内部には、先端部 59 a の断面より狭い断面のパイプ 60 が貫通するように設けられており、このパイプ 60 の一方の端はテーパ状のノズル先端部 59 a に、もう一方の端は、ノズル 58 a の他端を突き抜けて T E O S 液 A に接するように配置されている。

図 22 に基づいて、この実施例の気化を行う動作について説明する。窒素ガスはバブリング管 28 からノズル 58 a を通ってノズル先端部 59 a より T E O S 液 A 中に吹き出され、この時ノズル先端部 59 a に生ずるベルヌーイ効果によって、パイプ 60 の内部にはノズル 58 a を通って T E O S 液 A に接する側の端部からノズル先端部 59 a の側の端部に向けて T E O S 液 A が流れ、ノズル先端部 59 a からは窒素ガスの気泡 D と同時に T E O S 液 A が吹き出される。この吹き出された T E O S 液 A が、気泡 D 同士のくっつきを妨げることにより、発生する気泡 D をさらに小さくものとなり、気化をさらに飽和に近づけることができる。

また、ノズル先端部 59 a とパイプ 60 との環状の隙間は、ベルヌーイ効果を得るために狭くしているため一定流量以上の窒素ガスを流すことができない。

そこで、図 23 に表すこの発明の第 21 実施例のように、バブリング管 28 及びパイプ 59 a を内蔵したノズル 58 a を複数設けることにより、多くの窒素ガ

スを流すことができ、多くの気化量を得ることができる。

図24はこの発明の第22実施例を表す縦断面図で、この実施例では、図22で述べたノズル58aと同様のノズル58bが、容器23内で液面B近傍のTEOS液A中に先端部59bを下向きにしてバブリング管28の先端部に設けられる。この実施例では、ノズル先端部59bより下向きに窒素ガスを吹き出すことにより、気泡Dは容器23内のTEOS液A中を下方に進み、やがて勢いがなくなると液中を上昇する。これにより気泡DがTEOS液A中を通過する距離、時間を長くすることができ、気化をより飽和に近づけることができ、気化量を安定にすることができる。

また、図22ののノズル58aと同様に、ノズル58b内にL字状のパイプ60aを設けて、このパイプ60aの一端をノズル58bのテーパ状の先端部59b内に配置するとともに、他端をノズル58bの側壁を貫通させてTEOS液A中に臨ませることにより、図22のパイプ60の使用による作用効果と略同様の作用効果が得られる。

図25はこの発明の第23実施例を表す横断面図で、この実施例では、図24で述べたノズル58bと同様に、L字状のパイプ60bを内蔵したノズル58cを容器23内の底面、且つ側壁近傍においてTEOS液A中に、先端部59cが略水平で且つ容器側壁の接線方向に向くように設け、ノズル先端部59cより水平方向に窒素ガスを吹き出すことにより、容器23内のTEOS液A中に渦状の流れが生じる。発生した気泡Dはこの渦巻状の流れに乗ることにより、容器23内のTEOS液A中を螺旋状に上昇する。これにより気泡DがTEOS液A中を通過する距離、時間を長くすることができ、気化がより飽和に近づくため気化量を安定させることができる。

図26はこの発明の第24実施例を示している。この実施例では、液面センサー25が備えられておらず、その代わりに、容器23の側壁面には液排出口61が開設され、その液排出口61には、バルブ63を有するオーバーフロー管62が接続されている。この実施例のその他の構成は、容器23の底面にヒー



ター 27 a が設けられていることを除いて、略図 5 2 の従来例と同様である。

次に図 2 6 に基づいて、この実施例の気化を行う動作について説明する。気化を行う動作は図 5 2 の従来例と同様で、バルブ 1 8、2 0 を開けてから、窒素ガスをバブリング管 2 8 より T E O S 液 A 中に吹き込んでバブリングを行う。気化した T E O S ガスと前記窒素ガスはガス排出管 1 5 より出ていく。

T E O S ガスの気化が進行して液面 B が低下していくにつれて成膜成長速度も低下していくので、許容範囲を超える前に気化の動作を停止し、バルブ 6 3 及びバルブ 2 1 を開けて液補給管 1 3 より容器 2 3 に T E O S 液 A の供給を行う。

この時、容器 2 3 内の液面 B が上昇し液排出口 6 1 の位置を超えると、T E O S 液 A は液排出口 6 1 からオーバーフロー管 6 2 を通して容器 2 3 の外へオーバーフローして出て行くので、容器 2 3 への T E O S 液 A の供給を止める時に、バルブ 2 1 を閉じてからバルブ 6 3 を閉じると、液面 B の位置を液排出口 6 1 の位置で精度よく一定にできる。従って、図 5 2 の従来例で述べたような、T E O S 液 A の補給時の液面高さの変動により発生する気化ガス量の変動を生じることはない。

図 2 7 はこの発明の第 2 5 実施例を示している。この実施例において、図 2 6 で述べた気化器としての容器 2 3 の下方に、リザーバータンク 6 4 が設けられており、このリザーバータンク 6 4 は、バルブ 2 1 及び配管加熱ヒーター 8 a を有する液補給管 1 3 と、バルブ 6 3 及び配管加熱ヒーター 8 b を有するオーバーフロー管 6 2 とにより容器 2 3 に接続されている。また、このリザーバータンク 6 4 の上面には、前述した図 5 2 の従来例に示したものと同様の温度センサー 2 4 及び液面センサー 2 5 が、それらの下端をリザーバータンク 6 4 内の T E O S 液 A 中に臨むように設けられている。さらに、リザーバータンク 6 4 の上面には、途中にバルブ 6 6 を備えた液補給管 6 7 と、窒素ガス供給管 1 2 より分岐して途中にバルブ 6 8 を備えた圧送配管 6 7 とがそれぞれ接続され、またリザーバータンク 6 4 の底面には、容器 2 3 の底面に設けられたヒーター 2 7 a と同様のヒーター 2 7 b が取付けられている。

容器 23 に設けたバブリング管 28 はバルブ 18 及びガス導入管 14 を介して窒素ガス供給管 12 に接続され、また、容器 23 の内部空間 C の気化ガスを反応室（図示せず）に導くガス導出管 15 は、途中にバルブ 19 を備えたバイパス管 16 を介して窒素ガス供給管 12 に接続され、ガス導出管 15 には、バルブ 20 及び圧力調整器 31 が設けられている。

図 28 に基づいて容器 23 に T E O S 液 A を供給する動作について説明すると、まずバルブ 65 を開いて、液補給管 65 より T E O S 液 A をリザーバータンク 64 に供給し、T E O S 液 A の液面 B が液面センサー 25 の下端の位置に達したときバルブ 65 を閉じて、ヒーター 27 b によってリザーバータンク 64 内の T E O S 液 A を容器 23 内の T E O S 液 A と同じ温度に加熱保持する。

続いて、バルブ 20、21、68 を開けると、リザーバータンク 64 内の T E O S 液 A は圧送配管 67 から供給される窒素ガスにより液補給管 13 を通って容器 23 へ圧送される。容器 23 内で液面 B が液排出口 61 の位置を超えるまでこの供給を行なった後、バルブ 20、68 を閉じてバルブ 63 を開けると、容器 23 内で液排出口 61 の位置を超えている T E O S 液 A はオーバーフロー管 62 を通ってリザーバータンク 64 に流れ、容器 23 内での液面 B は液排出口 61 の位置で精度よく一定の高さになり、容器 23 内で T E O S 液 A の気化により発生する気化ガス量は一定になる。また、容器 23 から流れ出た T E O S 液 A は、ヒーター 8 b により適温に加熱されたオーバーフロー管 62 を通ってリザーバータンク 64 へ温度が低下することなく戻り、再び使用されるので無駄になることがない。

尚、容器 23 で気化を行なうと T E O S 液 A は減少していきリザーバータンク 64 内の液面 B が低下していくので、液面センサー 25 でこの液面 B を検知してバルブ 66 の開閉操作により液補給管 67 からリザーバータンク 64 内へ T E O S 液 A を適宜供給する。この時の液供給は頻繁に行なう必要はなく、液面 B の高さも正確に調整する必要はない。

図 28 はこの発明の第 26 実施例を示している。この実施例では、前記した図

28の実施例からリザーバタンク64に設けられていた圧送配管67を無くし、その代わりに、液補給管13の途中にポンプ69を設けたもので、窒素ガスでのTEOS液Aの圧送に代わってポンプ69でTEOS液Aを容器23に送ることができる。従って、気化行なっている間でも、ポンプ69の働きにより液面を一定の高さに保つことができ、発生する気化ガス量も一定になる。

図29はこの発明の第27実施例を示しており、この実施例では、容器23内の液面Bより下の位置に、容器23外より圧力弁70を通して気体を供給できる容積可変の小容器71を設け、この小容器71に気体を供給して容積を大きくし液面Bを押し上げTEOS液Aを液排出口61よりオーバーフローさせることにより、気化行なっている間でも液面を一定の高さに保つことができ、さらに容器23へのTEOS液Aの供給回数を減らすことができる。

尚、容器23へTEOS液Aを供給する時は、気化を行っていない時に圧力弁70より小容器71内の気体を出して容積を小さくした後に、TEOS液Aを供給し液排出口61よりオーバーフローさせる。この実施例のその他の構成、作用は図26の実施例と同様である。

図30はこの発明の第28実施例を示している。この図において、中空円筒状の容器23の内部には、上部に複数の液排出口61aを有する環状の隔壁72が設けられ、この隔壁72により容器23内は円筒状の内側室23aとその外側に配置される環状の外側室23bに区画されている。円筒状の内側室23aの上壁には、先端部にメッシュ29を備えたバブリング管28、温度センサ24、バルブ20と圧力調整器31とを備えたガス導出管15、及び圧力計30が取付けられている。また、環状の外側室23bの上壁には、バルブ13を備えた液補給管13の一端が接続されるとともに、その内部のTEOS液Aの液面Bの下限レベルを検出する液面検知部26aを先端に有する液面センサー25aが取付けられている。環状の隔壁72の上部に形成された複数の液排出口61aは、容器23の底面から所定の高さ位置に、且つ円周方向に互いに離隔して配置されている。内側室23aと外側室23bとはU字状の液循環配管73により連通されてお

り、このU字状の液循環配管73の容器23上面から外側に延出された部分にはポンプ69が接続されている。

次に図30に基づいて、この実施例の気化を行う動作について説明する。気化を始める前に、容器23内のバブリング管28が設けられている内側室23aには、TEOS液Aが隔壁72に設けられた液排出口61aの高さの位置まで入れられており、他方、液面センサー25が設けられている外側室23bには、TEOS液Aが液排出口61aの高さより低い位置まで入れられている。

続いて気化を行う動作は、前述の図57の従来例同様、バブリング管28からTEOS液A中に窒素ガスをバブリングして行なうが、この気化を行なっている間にポンプ69を駆動して、液循環配管73を通じてTEOS液Aを外側室23bから内側室23aへ流すことにより、バブリングを行なっている内側室23aから液排出口61aを通過してバブリングを行なっていない外側室23bに、常にTEOS液Aがオーバーフローして流れる。これによって、バブリングを行なっている内側室23aでは液面Bの高さは液排出口61aの位置で常に一定となるので、前述した図28の実施例で使用したリザーバータンク64を用いることなく一つの気化容器で液面を一定にでき、発生する気化ガス量も一定になる。

さらに気化を行なっていくと、容器23内のTEOS液Aが減少し、外側室23bの液面Bが減少していくので、液面センサー25により液面Bの検知を行い、バブリングを行なっていない時にバルブ20、21を開けて液補給管13より外側室23bへTEOS液Aを供給する。この時の供給量は供給後の外側室23b内の液面Bの高さが液排出口61aの位置を超えない量とし、この時の液面Bの高さには高い精度は要求されない。

図31はこの発明の第29実施例を示すもので、図28で述べた液補給管13にフィルター74を設けることにより、循環するTEOS液A中のTEOSの変質等によって生じた不純物を除去することができる。この実施例のその他の構成及び作用は図28の実施例と同様である。

また、図 3 2 に表すこの発明の第 3 0 実施例に示すように、図 3 0 で述べた液循環配管 7 3 にフィルター 7 4 a を設けることにより、循環する T E O S 液 A 中の T E O S の変質等によって生じた不純物を除去することができる。

図 3 3 はこの発明の第 3 1 実施例を示しており、この実施例では、バブリング管 2 8 の先端に、図 3 0 のメッシュ 2 9 に代えて、図 2 4 に示したような先端部 5 9 d がテーパ状に細くなり、内部に U 字状のパイプ 6 0 c の一端が配置されたノズル 5 8 d を設けた構造とし、このパイプ 6 0 c の他端を外側室 2 3 b の下方に配置して前記液循環配管 7 3 の代わりとする。このような構成により、図 2 4 の実施例と同様に、バブリング管 2 8 からバブリングを行なうと、パイプ 6 0 c を通って T E O S 液 A が外側室 2 3 b から内側室 2 3 a へ流れるので、図 3 0 で示したポンプ 6 9 を用いることなく液面を一定にでき、従って発生する気化ガス量も一定になる。

図 3 4 はこの発明の第 3 2 実施例を示している。この実施例では、容器 2 3 の側壁下部に、バルブ 2 1 付きの液補給管 1 3 が接続されており、この他の構成は、容器 2 3 底面に突起 3 9 が設けられていないことを除いて図 1 の実施例と同様である。

この図 3 4 の実施例では、液補給管 1 3 から T E O S 液 A を容器 2 3 に供給する際に、供給位置が液面 B より下方にあるため、図 5 2 の従来例のように、容器 2 3 上面に設け液補給管 1 3 から T E O S 液 A を供給する場合の問題点として述べた容器 2 3 内に液補給管 1 3 から T E O S 液 A が落下することによる液面の変動、それによる気化量の変動が生じない。

図 3 5 はこの発明の第 3 3 実施例を示しており、この図において、バルブ 2 1 を備えた液補給管 1 3 は、前記図 3 4 の実施例と同様に、容器 2 3 の側壁下部に設けられており、この液補給管 1 3 には T E O S 液 A の流量を調整する流量調整器 7 5 が設けられている。

この図 3 5 の実施例では、気化を行なっている間もバルブ 2 1 は開けられており、T E O S 液 A は流量調整器 7 5 によって一定の流量で液補給管 1 3 から容器

23内に供給されている。この時に供給する流量を、容器23内のTEOS液Aが気化によって減少する量に調整することで液面Bの高さを一定にでき、これによって前述した液面Bの低下やそれによる気化量の減少を回避して気化量を一定にすることができる。

図36に表すこの発明の第34実施例では、図35の液補給管13に、流量調整器75及びバルブ21を迂回するように、バルブ77を備えたバイパス管76が接続されており、これは前記した流量調整器75による流量精度がよくなく、実際に気化によってTEOS液Aが容器23内から減少する量に調整できない時のためのものである、

この図37の実施例においては、流量調整器75でのTEOS液Aの流量は、実際に気化によってTEOS液Aが容器23内から減少する量よりは少ない量に設定される。この状態で気化を行なっていくと、容器23内の液面Bは徐々に低下していくので、液面が所定の高さまで減少したとき、気化を中止して液面センサー25の先端の液面検知部26の位置までTEOS液Aを供給する。

この時TEOS液Aの供給は、前記流量に設定されている流量調整器75を通して行なったのでは時間がかかるため、バルブ21を閉じてバルブ77を開けてバイパス管76より行なうことにより、より短い時間で液供給を行なうことができる。TEOS液Aが液面センサー25の先端の液面検知部26の位置まで達したとき、バルブ77を閉じてバルブ21を再び開く。

図37はこの発明の第35実施例を示しており、この実施例では、液補給管13は、前記図35の実施例と同様に、容器23の側壁下部に設けられており、この液補給管28には、そこを流れるTEOS液Aの圧力を測定する圧力計78と、これによって測定した圧力を基にしてTEOS液Aの供給圧力を調整する圧力調整器79が設けられ、図35で使用されていたバルブ21は設けられていない。

この図37の実施例では、TEOS液Aは圧力調整器79によって一定の圧力で調整されて液補給管13から容器23内に供給されている。この時、容器23

内の液面B上の内部空間Cの圧力は、ガス導出管15に設けられた圧力調整器31により一定に保たれているので、前記TEOS液Aの圧力と容器内部空間Cの圧力が釣り合う所で液面Bは一定となる。従って、圧力調整器31、79によって、TEOS液Aと容器内部空間Cの各々の圧力を調整することにより、液面Bを所定のレベルに保持することができるので、従来問題となっていた気化による液面の低下、それによる気化量の減少を回避することができる。

図38はこの発明の第36実施例を示している。この図において、容器23に設けられた機器は、図34の実施例と略同様に配置されている。容器23の下方には液供給槽80が配置され、この液供給槽23の上部には、一端が容器23の底壁を貫通してその内部と連通し、且つバルブ21を備えた液補給管13の他端が接続されている。液供給槽80の底部には、一端がTEOS液Aを供給するユニット（図示せず）に連なり、バルブ82を備えた供給配管81の他端が接続され、また液供給槽80の側壁には、その内部のTEOS液Aの温度を検出するための温度センサー83が取付けられている。液供給槽80の底壁外面には、温度センサー83により検知した温度を用いて内部のTEOS液Aの温度を一定に加熱するためのヒーター84が設けられている。

次に、図39に基づいて容器23にTEOS液Aを供給する動作について説明すると、先ず容器23、液供給槽80内ともにTEOS液Aがない状態の時、バルブ20、21、82を開けて液供給ユニット（図示せず）より供給配管81を通してTEOS液Aを液供給槽80に入れ、さらに液補給管13を通して容器23内の液面センサー25の先端26まで入れてから、前記バルブ20、21、82を閉じて、容器23、液供給槽80内のTEOS液Aをそれぞれのヒーター27a、84によって同じ温度に加熱保持する。

続いて気化を行なった後の容器23内へのTEOS液Aの供給は、バルブ20、21、82を開けて、供給配管81から液供給槽80内へTEOS液Aを供給して既に液供給槽80内でヒーター84により加熱保持されているTEOS液Aを押し流して、液補給管13を通して容器23内へ供給する。この時、液供

給槽 80 内では下方より上方に低温の液が高温の液を押し流すため、液の温度差による対流は生じにくく、低温の液と高温の液が混ざり合って加熱保持されている温度より低くなった T E O S 液 A が容器 23 内へ供給されることがないので、容器 23 内の T E O S 液 A と同じ温度の T E O S 液 A を容器 23 に供給できる。

さらにこの時、液供給槽 80 内には低温の T E O S 液 A が供給されて温度が低下するが、液供給槽 80 と容器 23 とはヒーター 84、27a により各々独立して温度制御されているので、液供給槽 80 の温度低下が容器 23 に影響を及ぼすことはない。温度が低下した液供給槽 80 とその内部の T E O S 液 A は、次の液供給時までの容器 23 内で気化を行なっている間に、元の温度に加熱保持される。この液供給槽 80 の容積は一回に容器 23 へ供給する T E O S 液 A の量以上あればよく、それより大きいほど液供給槽 80 自体の温度変化が小さくなる。

これによって、図 53 の従来例で問題となっていたような液補給後の容器 23 内の液の温度変化が生じることはなく、また同じく図 57 の従来例で述べたような、リザーバタンク 35 の温度変動による容器 23 内の温度変動が生じることもないので、気化器の温度を一定にすることができ、気化量の変動を生じさせることがない。

また、図 39 に表すこの発明の第 37 実施例では、図 38 で述べた実施例の構成において、供給配管 81 と液補給管 13 とが液供給槽 80 内へ開口する位置の間に遮蔽板 85 を設けて液供給槽 80 内の流路が長くなるようにしたので、供給配管 81 から液供給槽 80 へ T E O S 液 A を供給する際に、高温の液と低温の液がさらに混ざり難くなり、容器 23 内の T E O S 液 A と同じ温度の T E O S 液 A を液供給槽 80 から容器 23 へより安定して供給できる。

さらに、図 40 に表すこの発明の第 38 実施例では、図 38 で述べた実施例の構成において、液供給槽 80 に代わって、温度センサー 86 とこれによって検知した温度をもとに温度制御を行なうヒーター 87 とを有する液補給管 13 が容器 23 の側壁下部に接続される。この実施例では、液補給管 13 内で次に容器 23 内に供給される T E O S 液 A の加熱保持を行なうことにより、前記液供給槽



80を用いることなく容器23内のTEOS液Aと同じ温度のTEOS液Aを容器23内へ供給することができる。尚、液補給管13のヒーター87を設けて加熱保持を行なう部分の長さは、その部分の液補給管13内の容積が一回に容器23へ供給するTEOS液Aの量以上あればよい。

また、図41に表すこの発明の第39実施例では、図40の実施例に比べて、液補給管13のヒーター87が設けられている部分を短くするとともに、その先にTEOS液Aの流量を制御する液体流量調整器90を設けて、供給されるTEOS液Aの流量を小さくする。このようにすると、TEOS液Aは液補給管13内を流れている間にヒーター87によって容器23内のTEOS液Aと同じ温度に加熱されるので、加熱保持を行なう長さはその部分の液補給管13内の容積が一回に容器23へ供給するTEOS液A量以下にすることができる。

図42はこの発明の第40実施例を示しており、この実施例では、容器23の側壁外面に、バブリング中に容器23内で発生する音やそれ自体の振動音を検出するための音センサー91が設けられており、この実施例のその他の構成は、図1の実施例と略同様である。

次に図42に基づいて容器23で一定状態の気化が行われている時の状態を説明すると、バブリング管28には窒素ガスが一定流量、圧力で供給され、メッシュ29を通して出て行く時の気泡Dの大きさ、量、勢いは一定で、これによる液面Bの状態も一定となり、音センサー91で検知されるバブリング中の音、または容器23の振動は一定である。

従って、音センサー91で検知されるバブリング中の容器23内部の音または容器23の振動音を、気化を行なっている間常時検知し、何等かの原因で気化の要因が変化して気化状態が変動した時には、この変動を音センサー91の検出値の変動として捉えることができる。このため、音センサー91の検出値が所定の許容範囲を超えた場合には、液面Bの異常低下（加減レベル以下に減少）等により気化状態が許容限度を超えて変動したものと判断して、気化を停止させてTEOS液Aの補給等を行なって異常原因を取り除いてから、気化を再開させ

る。このようにして、気化量の変動を極力抑制することができる。

図４３はこの発明の第４１実施例の概略構成を表す模式図である。この実施例では、ガス導出管１５ａ、１５ｂ、１５ｃに気化ガス安定器９２ａ、９２ｂ、９２ｃがそれぞれ接続されており、この実施例のその他の構成は、図５１の従来例と同様である。

気化ガス安定器９２ａ、９２ｂ、９２ｃは同一構造であり、図４４にその一例が示されている。図４４において、気化ガス安定器９２ａは、上壁にガス導出管１５ａ、１５ａを接続された中空の容器９３と、その容器９３の上壁に取付けられてその内部の温度を検出するための温度センサー９４と、同じく容器９３の上壁に取付けられて、その内部に溜まるＴＥＯＳ液Ａの液面Ｂを検出する検知部９６を有する液面センサー９５と、容器９３の底壁外面に設けられ、温度センサー９４により検知された温度を用いて容器９３内部の温度を一定に保持するように容器底壁を加熱するためのヒーター９７と、容器９３の側壁下部に接続され、且つバルブ９９を備えたドレン管９８とから構成される。

次に図４４に基づいて気化ガス安定器９２ａの働きを説明すると、容器９３及びその内部は温度センサー９４及びヒーター９７によって一定温度に加熱保持されており、容器９３内部には、一方（図４４で左側）のガス導出管１５ａよりＴＥＯＳ気化ガスと窒素ガスが流入する。容器９３内部のガスの温度は、ヒーター９７によってＴＥＯＳ気化ガスの気化温度以上に加熱保持されているので、この容器９３の温度を気化温度より低い温度に設定すると、ＴＥＯＳ気化ガスの温度が下がり、この温度におけるＴＥＯＳの蒸気圧の分圧以上のＴＥＯＳ気化ガスは再液化して容器９３内に溜まり、残った一定量のＴＥＯＳ気化ガスは気化ガス安定器９２ａより出て行く。この容器９３内に溜まったＴＥＯＳ液Ａは、液面Ｂが上昇して液面センサー９５の先端の検知部２６により検知されると、バルブ９９を開けドレン管９８より排出する。

これによって、例えば図５２や図５３に示した従来の気化器を使用してＴＥＯＳガスの気化量の変動が生じて、気化ガス安定器９２ａ、９２ｂ、

92cより下流の気化ガス量は、気化ガス安定器92a、92b、92cの温度における蒸気圧の分圧で一定にすることができ、常に一定の気化量を供給することができる。

図45はこの発明による化学気相成長装置の配管構成の一実施例を表す模式図で、この実施例は、以下の構成を除いて、図50の従来例と略同様である。図45において、液体気化装置6から反応室1へ延びる反応ガス導入管7の途中から反応ガス廃棄管100が分岐し、この反応ガス廃棄管100は、反応室1に連なる排気管9に接続されている。分岐後の反応ガス導入管7及び反応ガス廃棄管100には、それぞれバルブ101、102が設けられている。

次に、図46に基づいて反応室1に反応ガスを供給する動作について説明すると、成膜を開始する前に液体気化装置6で気化が開始され、この時、バルブ101を開けてバルブ102を閉じて、液体気化装置6からの反応ガスを反応ガス廃棄管100へ流し、その後成膜を開始する時に、バルブ102を閉じてバルブ101を開け、液体気化装置6からの反応ガスを反応ガス導入管7を通し反応室1へ流す。

続いて所定の成膜が終了した時、再びバルブ102を開けてバルブ101を閉じ、液体気化装置6からの反応ガスを反応ガス廃棄管100へ流すが、成膜が連続して行われる時には、液体気化装置6での気化を成膜終了後も止めずに連続して行い、成膜と成膜との間の期間、すなわち反応室1への半導体ウエハ（図示せず）の出し入れ等の成膜を行なっていない期間は、反応ガスを反応ガス廃棄管100へ流し、再び成膜を開始した時には、反応ガスを反応ガス導入管7を通して反応室1へ流す。

上述の手順で成膜を行なうことにより、従来の問題となっていた図55で示した気化器10a、10b、10cでの気化開始直後の定常状態より多い気化ガスを液体気化装置6より反応ガス廃棄管100へ流し、反応室1へ流すことがないので、安定した成膜を行なうことができ、また連続して成膜を行なう時には液体気化装置6での気化を止めずに行なうため、図50の従来例に関連して述べたよ

-50-

うな従来の問題点を生じさせることがないので、さらに安定した成膜を行なうことができる。

また上述の手法では、液体気化装置 6 での気化開始時に、液体気化装置 6 から気化ガスの流量が安定するまで気化ガスを反応ガス廃棄管 100 へ流すので、気化ガスの流量が安定するまでの間、気化ガスを反応室 1 へ供給することができない。

そこで、図 4 6 はこのような問題を解決しうる、この発明の他の実施例による化学気相成長装置の構成を模式的に示している。図 4 6 に示すように、この実施例では、液体気化装置 6 を複数設けて、各々の反応ガス導入管 7 及び反応ガス廃棄管 100 を並列に配置したので、一方で気化を行なっている間、他方では液体材料の供給、一定温度への加熱、気化開始後の気化ガスを反応ガス廃棄管 100 へ流すのを行なっておくと、各バルブ 101、102 を切り替えることにより直ぐに次の液体気化装置 6 より安定した量で気化ガスを反応室 1 へ供給することができる。

図 4 7 及び図 4 8 は、この発明のそれぞれ別の実施例による気化器の構成を示す垂直方向の断面と、気化システムの配管構成、化学気相成長装置の配管構成、特に各々の配管の向きを模式的に示している。

まず、図 4 7 に示す配管の構成は、前記図 4 5 に示した化学気相成長装置の配管構成と略同じであり、バルブの開閉及び気化ガスの流れも前述したのと同じであるが、分岐後の反応ガス導入管 7 が上向きに、反応ガス廃棄管 100 が下向きにそれぞれ設けられているので、従来の問題点として述べたように、液面センサーの作動不良等により気化器 10a、10b、10c 内の TEOS 液 A が反応ガス導出管 15a、15b、15c を通って溢れ出しても、下方の反応ガス廃棄管 100 に流れ、上方の反応ガス導入管 7 を通って反応室 1 に達することはない。また、図 4 8 に示す配管の構成では、各々の気化器 10a、10b、10c からの反応ガス導出管 15a、15b、15c は反応ガス導入管 7 に上方から合流し、また反応ガス導入管 7 は最初の反応ガス導出管 15c との合流部よ

り反応ガス廃棄管100と分岐している部分に向かって下方に傾斜して設けられているので、上述のように、液面センサー25の作動不良等により気化器10a、10b、10cのうちの一つから液が溢れ出した場合でも、この液が他の気化器10a、10a、10bからの反応ガス導出管15a、15b、15cに流れ込んで液同士が混ざり合うことがなく、また、この液が反応ガス導入管7内に溜まることもない。

図49はこの発明の他の実施例による配管構成を模式的に示しており、この図において、110は各気化器10a-10cと各気化器に付設されたバルブ18a-18c、19a-19c、20a-20c、21a-21c、22a-22cとを夫々互いに分離されたユニットとして囲むように配置された断熱材である。図49に示すように、各々異なった温度で制御されている気化器10a-10cの間に断熱材90を設けて互いの温度の影響を少なくしたので、各々の気化器10a-10cの温度制御を互いの干渉なく行なうことができる。

尚、上記各実施例では、バブリングに用いる気体として窒素ガスを用いたが、気化させる液体と反応しない不活性なガスであればHeやAr等のガスを用いてもよく、さらに気化を行なう液体としてTEOS液を用いたが、所定の性質の反応生成膜を形成するための気化ガスを得るには、これ以外のどの様な液を用いてもよく、また上記各実施例では、TEOS液を常温より高温に加熱保持してバブリングによる気化を行ったが、使用する液体の性質によっては常温より低温に冷却保持してバブリングを行ってもよい。

また、上記各実施例で示した容器、バルブ、配管等の形状、配置、構成等は、前述した作用を得られる範囲においては、前述したものに限定されるものでないのは勿論であり、上記の各々の実施例は、互いにその作用が他の作用に影響したり、他の作用を阻害したりしない範囲において、同時に複数の実施例を組み合わせを行なうことができる。

さらに、上記各実施例では、一定流量の液体材料を気化器にて気化させて、反応ガスとして用いる化学気相成長装置の液体気化装置について説明したが、本発

明による液体気化装置はこれに限定されるものではなく、液体を気化させて一定流量安定して供給する必要がある装置、システムであればどのようなものにも用いることができる。

この発明は以上のように構成されているので、以下に記載されるような効果を奏する。

この発明の請求項 1 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内で前記液体に浸される部分の容器内面に、前記液体の自然対流を乱さないように設けられ、前記容器内面から前記液中に向かって延びる熱伝導性の良い部材とを備えるので、前記熱伝導性の良い部材により、前記温度調節手段により加熱された前記容器からその内部の液体に熱を斑なく効率的に伝達でき、従って前記容器内部の液体を上下の温度差無く均一な温度に短時間で加熱、保持することができる。

この発明の請求項 2 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内の前記液体の液面を検出する液面検出手段とを備え、前記バブリング管、前記温度検出手段及び前記液面検出手段の前記容器内に配置されている

総ての部分が、前記容器内の前記液体の液面より下の位置に配置されるので、前記容器内の液面上の空間の温度を変動させる要因を無くし、前記容器内の液面上部空間を一定温度に制御、保持することができる。

この発明の請求項 3 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第 1 温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第 1 温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第 1 温度調節手段と、前記容器内において前記液体の液面上に形成される容器内部空間の温度を検出する第 2 温度検出手段と、前記容器内部空間のみを覆うように前記容器に設けられ、前記第 2 温度検出手段の検出温度を使用して前記容器内部空間の温度が、前記液体の温度と等しくなるように制御する第 2 温度調節手段とを備えるので、前記容器内の液面上部空間を一定温度に制御、保持することができる。

この発明の請求項 4 による液体気化装置では、前記第 2 温度調節手段の前記容器側面に配置された部分の下端と前記容器内の前記液体の液面との間に存在する、前記容器の部分が熱伝導性の低い材料で構成されるので、前記第 2 温度調節手段により加熱される前記容器の上部から下部への熱伝導を、前記容器の前記熱伝導性の低い材料で構成される部分により効果的に抑制して、前記液体に温度影響を与えることなく前記容器内の液面上部空間を一定温度に制御、保持することができる。

この発明の請求項 5 による液体気化装置では、前記容器の側面下部の前記第 2 温度調節手段が設けられていない部分に、前記容器の側壁部よりも熱伝導性の良い部材が容器外面から外側に向かって突出するように設けられるので、前記第 2 温度調節手段により加熱された前記容器の側面上部から側面下部へ熱が伝導され

ても、前記容器の側壁部に突設された部材により効率良く外部に放熱されるため、前記容器内の液体を上下の温度差無く均一な温度に保持することができる。

この発明の請求項6による液体気化装置では、前記第2温度調節手段の前記容器側面に配置された部分は、温度調節を行うのに有効な部分の長さを前記容器の高さ方向に変化させうように構成されるので、前記容器内の液面の変動に応じて前記容器側面に配置された有効部分の長さを調節することにより、前記容器内の液面上部空間を精度良く一定温度に制御、保持することができる。

この発明の請求項7による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記容器内において前記液体の液面上に形成される容器内部空間の温度を検出する第2温度検出手段と、前記容器内部空間に設けられ、前記第2温度検出手段の検出温度を使用して前記容器内部空間の温度が、前記液体の温度と等しくなるように制御する第2温度調節手段とを備えるので、前記容器内の液面上部空間を前記液体の温度と等しい一定温度に制御、保持することができる。

この発明の請求項8による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記容器の上部に、前記容器内部空間を覆うように設けら



れ、且つ内部に、前記バブリング管、前記ガス導出管、前記液補給管及び第1温度検出手段の容器外部へ延出された部分を包み込むよう閉鎖空間が形成されたカバーと、前記カバー内の閉鎖空間の温度を検出する第2温度検出手段と、前記カバーに設けられ、前記第2温度検出手段による検出温度を使用して前記カバー内の閉鎖空間の温度を、前記容器内の液体の温度に等しくなるように制御する第2温度調節手段とを備えるので、前記容器内の液面上部空間を一定温度に制御、保持することができる。

この発明の請求項9による液体気化装置では、前記容器の側面に接する前記カバーの底面が、該容器に沿って上下に移動しうるように構成されるので、前記容器内の液面上部空間の変化につれてそれに応じた部分のみの温度調節を行い、前記液体に温度影響を与えることなく前記容器内の液面上部空間を精度よく一定温度に制御、保持することができる。

この発明の請求項10による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する第1容器と、前記第1容器内に配置され、且つ下部に、前記第1容器内の前記液体を流入させるための開口部を有する第2容器と、前記第1容器及び第2容器を貫通して該第2容器内の液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記第1容器を貫通して前記第2容器の上部に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記第2容器外に取り出すガス導出管と、前記第1容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記第2容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記第1容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、前記第2容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備えるので、前記容器内の液面上部空間の周囲を前記容器内の液体と同じ温度の液体で囲むことにより、前記液面上部空間を上記容器内の液温と等しい一定温度に制御、保持することができる。

この発明の請求項11による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹

き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とからなり、前記容器の上面は、前記ガス導出管の取付部を頂点として、そこから前記容器の側面に向かって傾斜する山形状に形成されるので、前記容器内部上面に付着する液滴を溜めることなく液中に戻すことができる。

この発明の請求項 1 2 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内において前記ガス導出管の取付部の直下に設けられ、前記ガス導出管の内径よりも大きな平面積を有し、且つ中心部が上方に凸になっている遮蔽板とを備えるので、気化により生じる液滴が前記容器よりガス導出管内へ出ていくのを防ぐことができる。

この発明の請求項 1 3 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度

に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内で前記液体の液面上に形成される容器内部空間において、前記ガス導出管と開口端と前記液面との間に該容器内部空間を横断するように、且つ外周部を前記容器の内側面に接するように設けられ、気体を透過させるが液体の通過を阻止するフィルター手段とを備えるので、気化により生じる液滴、ミストをフィルター手段に触れさせて気化させることができる。

この発明の請求項 14 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記バブリング管は、その先端に、上面に複数の小穴を有する中空の拡散板を備えており、その拡散板の平面積は、前記バブリング管の断面積より広く前記容器の内側断面積より狭くなっているもので、前記拡散板から前記バブリング管の周囲の広い範囲に渡って沢山の気泡を発生させることができ、また気泡同士がくっつく可能性も低くなり、液体の気化を促進することができる。

この発明の請求項 15 による液体気化装置では、前記拡散板に、その上面の前記小穴を覆うように、気体を通すが液体を通さないフィルターが設けられるので、気化を行っていない時に、液体が前記拡散板へ逆流するのを防止して、気泡を安定して発生させることができる。

この発明の請求項 16 による液体気化装置では、前記拡散板に超音波発振子を取り付けられているので、発生させる気泡をより小さいものにすることができる。

この発明の請求項 17 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有

する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記バブリング管は、その先端部を細く絞った形状に構成されるので、前記バブリング管の先端部から噴射される気体の流速が大きくなり、発生させる気泡を小さいものにすることができる。

この発明の請求項 18 による液体気化装置では、前記バブリング管の先細の先端部には、その中心部で、一端が前記気体の噴出方向に開口するとともに、他端が前記液体中に連通する通路が形成されているので、発生させる気泡をより小さいものにすることができる。

この発明の請求項 19 による液体気化装置では、前記バブリング管は、その先端部が、前記容器内の前記液体中であって、液面に近い部分に下向きになるように配置されるので、前記バブリング管により発生される気泡が前記液体中を通過する距離を長くすることができる。

この発明の請求項 20 による液体気化装置では、前記バブリング管は、その先端部が、前記容器内の前記液体中であって、容器底部に近い位置に、水平で前記容器の側面に沿う方向に向けて配置されるので、前記気泡が前記液体中を通過する距離を長くすることができる。

この発明の請求項 21 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記

温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記容器の側面上部には、前記液体を外部にオーバーフローさせる開閉可能な開口部が設けられているので、前記容器内の液面の高さを、この開口部の位置でオーバーフローさせて一定にすることができる。

この発明の請求項 2 2 による液体気化装置では、前記液補給管に連なり、該液補給管を介して前記容器へ前記液体を補給する補給容器が前記容器より下方位置に設けられるとともに、前記開口部と前記補給容器とはオーバーフロー管で連結されているので、前記のオーバーフローさせた液体を再び前記容器に供給することができる。

この発明の請求項 2 3 による液体気化装置では、前記液補給管に、前記補給容器から前記容器へ前記液体を圧送するためのポンプが設けられているので、\*前記の液のオーバーフローにより液面の高さを一定にすることができる。

この発明の請求項 2 4 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内の前記液体中に設けられ、液面の減少に応じて容積が膨張する容積可変な液面調整容器とを備えるので、液面の低下に伴って前記液面調整容器の容積を膨張させることにより、前記容器内の液体をオーバーフローさせて液面の高さを一定にすることができる。

この発明の請求項 2 5 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続

され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記容器の内部は、隔壁により、前記バブリング管及び前記ガス導出管を有する液体気化部と、前記液補給管を有する液体補給部とに区画され、且つ前記隔壁上部には、前記液体気化部内の前記液体を前記液体補給部側にオーバーフローさせる開口部が設けられ、さらに液循環用配管により前記液体補給部を前記液体気化部に連結するとともに、この液循環用配管中に、前記液体を前記液体補給部から前記液体気化部へ補給するためのポンプが設けられているので、前記ポンプにより、前記容器からオーバーフローした液体を液循環用配管を通して前記容器内へ戻すことにより、容器内の液体を常にオーバーフローさせて液面の高さを一定にすることができる。

この発明の請求項 2 6 による液体気化装置では、前記液循環用配管中に、そこを流れる液体中の不純物を除去するためのフィルターが設けられているので、液中に発生する異物を除去することができる。

この発明の請求項 2 7 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記容器の内部は、隔壁により、前記バブリング管及び前記ガス導出管を有する液体気化部と、前記液補給管を有する液体補給部とに区画され、且つ前記隔壁上部には、前記液体気化部内の前記液体を前記液体補給部側にオーバーフローさせる開口部が設けられ、さらに液循環用配

管により前記液体補給部を前記液体気化部に連結するとともに、この液循環用配管の一端が、前記液体補給部内の前記液体中に浸漬されるとともに、他端が、前記液体気化部に配置された前記バブリング管の先細の先端部内に形成された通路に接続されるので、ポンプを用いることなく、オーバーフローした液体を前記液体補給部から前記液体気化部へ戻すことができ、前記容器内で前記液体のオーバーフローにより液面の高さを一定にすることができる。また、ポンプを使用しないので、装置のランニングコストを減減できる。

この発明の請求項 28 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記液補給管は、前記容器内の液面よりも下方の位置で該容器へ接続されるので、液体補給時に、前記液補給管より前記容器内の液中に補給液が落下することがなく、従って、液体が飛散して容器の内面に付着したり、ガス導出管等の内部に入り込むようなことはない。

この発明の請求項 29 による液体気化装置では、前記液補給管中に、そこを流れる液体の流量を検知、制御する流量調節手段が設けられるとともに、前記液補給管の前記流量調節手段と前記容器との間にバルブが設けられているので、前記流量調節手段の制御により前記液補給管から前記容器内に常時一定量の液を供給し、液面の高さを一定にすることができる。

この発明の請求項 30 による液体気化装置では、前記液補給管に、前記流量調節手段と前記バルブとを迂回するバイパス管が接続され、このバイパス管にバルブが設けられているので、前記流量調節手段により前記容器内に常時一定量の液供給を行うことができるとともに、一定期間毎にバイパス管を使用して短時間で

急速な液供給を行って液面の高さを一定にすることができる。

この発明の請求項 3 1 による液体気化装置では、前記液補給管に、そこを流れる液体の圧力を検出する圧力検出手段と、その圧力検出手段により検出された圧力に基づいて前記液体の供給圧力を制御する圧力調節手段とが設けられているので、前記圧力調節手段により容器内の上部空間の圧力と、液の供給圧力とをつり合わせて、液面の高さを一定にすることができる。

この発明の請求項 3 2 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する第 1 容器と、前記第 1 容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記第 1 容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記第 1 容器外に取り出すガス導出管と、前記第 1 容器に設けられて該第 1 容器内の前記液体の温度を検出する第 1 温度検出手段と、前記第 1 容器に設けられ、前記第 1 温度検出手段により検出された温度を使用して、該第 1 容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第 1 温度調節手段と、前記第 1 容器の下方に配置され、その第 1 容器内に定常的に供給される前記液体の量より多量の液体を貯溜する第 2 容器と、前記第 2 容器に設けられて該第 2 容器内の前記液体の温度を検出する第 2 温度検出手段と、前記第 2 容器に設けられ、前記第 2 温度検出手段により検出された温度を使用して、該第 2 容器内の前記液体を前記第 1 容器内の液温に等しい温度に加熱保持する第 2 温度調節手段と、前記第 2 容器を前記第 1 容器の下部に接続して、前記第 2 容器から前記第 1 容器内へ前記液体を補給するバルブ付きの液補給管とを備えるので、簡便な手段で前記容器に、その容器内の液の温度と同じ温度の液を供給することができる。

この発明の請求項 3 3 による液体気化装置では、前記第 2 容器の内部で、前記液補給管が接続されている上部と、この第 2 容器に液体を供給する配管が接続されている下部との間に、液体の流路が長くなるように仕切り板が設けられている。この発明の請求項 3 4 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体



を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内の液面よりも下方の位置で該容器へ接続され、前記容器内へ前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記液補給管内部の液体の温度を検出する第2温度検出手段と、前記第1及び第2温度検出手段により検知した温度に基づいて前記液補給管内の液体の温度を前記容器内の液温と等しくなるように制御する第2温度調節手段とを備え、前記液補給管の温度調節が行なわれている部分の容積が前記容器に一回に供給する液量よりも大きく形成されているので、前記容器に、その容器内の液の温度と一層正確に同じ温度の液を供給することができる。

この発明の請求項35による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内の液面よりも下方の位置で該容器へ接続され、前記容器内へ前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記液補給管内部の液体の温度を検出する第2温度検出手段と、前記第1及び第2温度検出手段により検知した温度に基づいて前記液補給管内の液体の温度を前記容器内の液温と等しくなるように制御する第2温度調節手段と、前記液補給管内を流れる液体の流量を制御する流量調節手段とを備えるので、前記容器に、その容器内の液の温度と一層正確に同じ温度の液を供給することができる。

この発明の請求項36による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有

-64-

する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器に設けられ、その内部の音若しくは該容器の振動を検出する手段とを備えるので、容器内部の気化状態の変動を検出して、これに基づいて液の補給等を行うことができる。

この発明の請求項 37 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記ガス導出管が他の配管と合流する手前の位置に設けられ、該ガス導出管内を流れる気化ガスの流量を一定に制御する気化ガス安定手段とを備えるので、前記気化ガスを使用する部所に一定量の気化ガスを常に供給することができる。

この発明の請求項 38 による液体気化装置では、前記気化ガス安定手段は、前記ガス導出管からの気化ガスを導入、導出する配管を上部に接続されるとともに、ドレイン管を下部に接続された第 2 容器と、この第 2 容器の内部の温度を検出する第 2 温度検出手段と、この第 2 温度検出手段により検出された温度に基づいて前記第 2 容器内の温度を制御する第 2 温度調節手段とを備えるので、前記気化ガスを使用する部所に一定量の気化ガスを常に供給することができる。

この発明の請求項 39 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹

-65-

き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記容器に連なる前記ガス導出管が、各々にバルブを設けて二つに分岐され、一方の分岐管が前記気化ガスを使用する部所に、他方の分岐管が排気管に夫々接続されるので、前記気化ガスを使用する部所に一定量の気化ガスを供給することができる

この発明の請求項 4 0 による液体気化装置では、気化させる液体を一定量保有する複数の容器と、前記各容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記各容器に設けられ、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記各容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記各容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記各容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記各容器に連なる前記各ガス導出管が、各々にバルブを設けて二つに分岐され、一方の分岐管が前記気化ガスを使用する部所に、他方の分岐管が排気管に夫々接続され、また各ガス導出管から分岐した前記一方の分岐管同士が、分岐点と前記気化ガスを使用する部所との間で合流されるので、前記バルブを切り替えることにより、時間を置かずに前記気化ガスを使用する部所に一定量の気化ガスを供給することができる。

この発明の請求項 4 1 による液体気化装置では、前記複数の容器からのガス導出管同士が合流されて形成された 1 本の配管を、前記容器に近い側が前記分岐点より上方になるように傾け、またこの配管を二つに分岐させる際に、前記気化ガスを使用する部所に接続される一方の分岐管は上方に、排気管に接続される他方の分岐管は下方に分岐されるので、前記容器から溢れ出た液が前記気化ガスを使

-66-

用する部所に行かないようにして、そこの部所の機器の故障等を未然に防止することができる。

この発明の請求項 4 2 による液体気化装置では、前記各ガス導出管の合流部では、前記各ガス導出管が各々別個に上方より、前記容器で発生させた気化ガスを使用する部所に連なる配管に合流するので、前記容器から溢れ出た液が混ざり合わないようにすることができる。

この発明の請求項 4 3 による液体気化装置では、前記複数の容器を、各容器に付設された前記バブリング管、前記ガス導出管、前記温度検出手段及び前記温度調節手段とともに、互いに分離されるように断熱性部材で覆ったので、各々の容器の温度制御を互いの干渉なく行なうことができる。

請求の範囲

1. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内で前記液体に浸される部分の容器内面に、前記液体の自然対流を乱さないように設けられ、前記容器内面から前記液中に向かって延びる熱伝導性の良い部材とを備える液体気化装置。
2. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内の前記液体の液面を検出する液面検出手段とを備え、前記バブリング管、前記温度検出手段及び前記液面検出手段の前記容器内に配置されている総ての部分とを、前記容器内の前記液体の液面より下の位置に配置してなる液体気化装置。
3. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記容器内において前記液

体の液面上に形成される容器内部空間の温度を検出する第2温度検出手段と、前記容器内部空間のみを覆うように前記容器に設けられ、前記第2温度検出手段の検出温度を使用して前記容器内部空間の温度が、前記液体の温度と等しくなるように制御する第2温度調節手段とを備える液体気化装置。

4. 前記第2温度調節手段の前記容器側面に配置された部分の下端と前記容器内の前記液体の液面との間に存在する、前記容器の部分を熱伝導性の低い材料で構成してなる請求項3記載の液体気化装置。

5. 前記容器の側面下部の前記第2温度調節手段が設けられていない部分に、前記容器の側壁部よりも熱伝導性の良い部材を容器外面から外側に向かって突出するように設けてなる請求項3記載の液体気化装置。

6. 前記第2温度調節手段の前記容器側面に配置された部分は、温度調節を行うのに有効な部分の長さを前記容器の高さ方向に変化させうように構成される請求項3記載の液体気化装置。

7. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記容器内において前記液体の液面上に形成される容器内部空間の温度を検出する第2温度検出手段と、前記容器内部空間に設けられ、前記第2温度検出手段の検出温度を使用して前記容器内部空間の温度が、前記液体の温度と等しくなるように制御する第2温度調節手段とを備える液体気化装置。

8. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出す

ガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記容器の上部に、前記容器内部空間を覆うように設けられ、且つ内部に、前記バブリング管、前記ガス導出管、前記液補給管及び第1温度検出手段の容器外部へ延出された部分を包み込むよう閉鎖空間が形成されたカバーと、前記カバー内の閉鎖空間の温度を検出する第2温度検出手段と、前記カバーに設けられ、前記第2温度検出手段による検出温度を使用して前記カバー内の閉鎖空間の温度を、前記容器内の液体の温度に等しくなるように制御する第2温度調節手段とを備えた液体気化装置。

9. 前記容器の側面に接する前記カバーの底面を、該容器に沿って上下に移動しうるように構成してなる請求項8記載の液体気化装置。

10. 気化させる液体を一定量保有する第1容器と、前記第1容器内に配置され、且つ下部に、前記第1容器内の前記液体を流入させるための開口部を有する第2容器と、前記第1容器及び第2容器を貫通して該第2容器内の液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記第1容器を貫通して前記第2容器の上部に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記第2容器外に取り出すガス導出管と、前記第1容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記第2容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記第1容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、前記第2容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備える液体気化装置。

11. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度

検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とからなり、前記容器の上面は、前記ガス導出管の取付部を頂点として、そこから前記容器の側面に向かって傾斜する山形状に形成してなる液体気化装置。

12. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内において前記ガス導出管の取付部の直下に設けられ、前記ガス導出管の内径よりも大きな平面積を有し、且つ中心部が上方に凸になっている遮蔽板とを備える液体気化装置。

13. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内で前記液体の液面上に形成される容器内部空間において、前記ガス導出管と開口端と前記液面との間に該容器内部空間を横断するように、且つ外周部を前記容器の内側面に接するように設けられ、気体を透過させるが液体の通過を阻止するフィルター手段とを備える液体気化装置。

14. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させる



バブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記バブリング管は、その先端に、上面に複数の小穴を有する中空の拡散板を備えており、その拡散板の平面積は、前記バブリング管の断面積より広くが前記容器の内側断面積より狭くなっている液体気化装置。

15. 前記拡散板に、その上面の前記小穴を覆うように、気体を通すが液体を通さないフィルターを設けた請求項14記載の液体気化装置。

16. 前記拡散板に超音波発振子を取り付けてなる請求項14記載の液体気化装置。

17. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記バブリング管は、その先端部を細く絞った形状に構成してなる液体気化装置。18. 前記バブリング管の先細の先端部には、その中心部で、一端が前記気体の噴出方向に開口するとともに、他端が前記液体中に連通する通路が形成されている請求項17記載の液体気化装置。

19. 前記バブリング管は、その先端部が、前記容器内の前記液体中であって、液面に近い部分に下向きになるように配置される請求項17記載の液体気化装置。

20. 前記バブリング管は、その先端部が、前記容器内の前記液体中であっ

て、容器底部に近い位置に、水平で前記容器の側面に沿う方向に向けて配置される請求項 17 記載の液体気化装置。

21. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記容器の側面上部には、前記液体を外部にオーバーフローさせる開閉可能な開口部が設けられている液体気化装置。

22. 前記液補給管に連なり、該液補給管を介して前記容器へ前記液体を補給する補給容器が前記容器より下方位置に設けられるとともに、前記開口部と前記補給容器とはオーバーフロー管で連結されている請求項 21 記載の液体気化装置。

23. 前記液補給管に、前記補給容器から前記容器へ前記液体を圧送するためのポンプが設けられている請求項 22 記載の液体気化装置。

24. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器内の前記液体中に設けられ、液面の減少に応じて容積が膨張する容積可変な液面調整容器とを備える液体気化装置。

25. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に

挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記容器の内部は、隔壁により、前記バブリング管及び前記ガス導出管を有する液体気化部と、前記液補給管を有する液体補給部とに区画され、且つ前記隔壁上部には、前記液体気化部内の前記液体を前記液体補給部側にオーバーフローさせる開口部が設けられ、さらに液循環用配管により前記液体補給部を前記液体気化部に連結するとともに、この液循環用配管中に、前記液体を前記液体補給部から前記液体気化部へ補給するためのポンプが設けられている液体気化装置。

26. 前記液循環用配管中に、そこを流れる液体中の不純物を除去するためのフィルターが設けられている請求項25記載の液体気化装置。

27. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記容器の内部は、隔壁により、前記バブリング管及び前記ガス導出管を有する液体気化部と、前記液補給管を有する液体補給部とに区画され、且つ前記隔壁上部には、前記液体気化部内の前記液体を前記液体補給部側にオーバーフローさせる開口部が設けられ、さらに液循環用配管により前記液体補給部を前記液体気化部に連結するとともに、この液循環用配管の一端が、前記液体補給部内の前記液体中に浸漬されるとともに、他端が、前記液体気化部に配置された前記バブリン

グ管の先細の先端部内に形成された通路に接続される液体気化装置。

28. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記液補給管は、前記容器内の液面よりも下方の位置で該容器へ接続される液体気化装置。

29. 前記液補給管中に、そこを流れる液体の流量を検知、制御する流量調節手段が設けられるとともに、前記液補給管の前記流量調節手段と前記容器との間にバルブが設けられている請求項28記載の液体気化装置。

30. 前記液補給管に、前記流量調節手段と前記バルブとを迂回するバイパス管が接続され、このバイパス管にバルブが設けられている請求項29記載の液体気化装置。

31. 前記液補給管に、そこを流れる液体の圧力を検出する圧力検出手段と、その圧力検出手段により検出された圧力に基づいて前記液体の供給圧力を制御する圧力調節手段とが設けられている請求項28記載の液体気化装置。

32. 気化させる液体を一定量保有する第1容器と、前記第1容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記第1容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記第1容器外に取り出すガス導出管と、前記第1容器に設けられて該第1容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記第1容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該第1容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記第1容器の下方に配置され、その第1容器内に定常的に供給される前記液体の

量より多量の液体を貯溜する第2容器と、前記第2容器に設けられて該第2容器内の前記液体の温度を検出する第2温度検出手段と、前記第2容器に設けられ、前記第2温度検出手段により検出された温度を使用して、該第2容器内の前記液体を前記第1容器内の液温に等しい温度に加熱保持する第2温度調節手段と、前記第2容器を前記第1容器の下部に接続して、前記第2容器から前記第1容器内へ前記液体を補給するバルブ付きの液補給管とを備えた液体気化装置。

33. 前記第2容器の内部で、前記液補給管が接続されている上部と、この第2容器に液体を供給する配管が接続されている下部との間に、液体の流路が長くなるように仕切り板が設けられている請求項32記載の液体気化装置。

34. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内の液面よりも下方の位置で該容器へ接続され、前記容器内へ前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記液補給管内部の液体の温度を検出する第2温度検出手段と、前記第1及び第2温度検出手段により検知した温度に基づいて前記液補給管内の液体の温度を前記容器内の液温と等しくなるように制御する第2温度調節手段とを備え、前記液補給管の温度調節が行なわれている部分の容積が前記容器に一回に供給する液量よりも大きく形成されている液体気化装置。

35. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記容器の上面に接続され、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内の液面よりも下方の位置で該容器へ接続され、前記容器内へ前記液体を補給する液補給管と、前記容

器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する第1温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記第1温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する第1温度調節手段と、前記液補給管内部の液体の温度を検出する第2温度検出手段と、前記第1及び第2温度検出手段により検出した温度に基づいて前記液補給管内の液体の温度を前記容器内の液温と等しくなるように制御する第2温度調節手段と、前記液補給管内を流れる液体の流量を制御する流量調節手段とを備える液体気化装置。

36. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記容器に設けられ、その内部の音若しくは該容器の振動を検出する手段とを備える液体気化装置。

37. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段と、前記ガス導出管が他の配管と合流する手前の位置に設けられ、該ガス導出管内を流れる気化ガスの流量を一定に制御する気化ガス安定手段とを備える液体気化装置。

38. 前記気化ガス安定手段は、前記ガス導出管からの気化ガスを導入、導出する配管を上部に接続されるとともに、ドレイン管を下部に接続された第2容器と、この第2容器の内部の温度を検出する第2温度検出手段と、この第2温度

検出手段により検出された温度に基づいて前記第2容器内の温度を制御する第2温度調節手段とを備える液体気化装置。

39. 気化させる液体を一定量保有する容器と、前記容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記容器に連なる前記ガス導出管が、各々にバルブを設けて二つに分岐され、一方の分岐管が前記気化ガスを使用する部所に、他方の分岐管が排気管に夫々接続される液体気化装置。

40. 気化させる液体を一定量保有する複数の容器と、前記各容器内の前記液体内に挿入され、この液体内に所定の気体を吹き込むことにより前記液体を気化させるバブリング管と、前記各容器に設けられ、前記吹き込んだ気体と前記気化した気体とを前記容器外に取り出すガス導出管と、前記各容器内に前記液体を補給する液補給管と、前記各容器に設けられて該容器内の前記液体の温度を検出する温度検出手段と、前記各容器に設けられ、前記温度検出手段により検出された温度を使用して、該容器内の前記液体を所定温度に加熱保持する温度調節手段とを備え、前記各容器に連なる前記各ガス導出管が、各々にバルブを設けて二つに分岐され、一方の分岐管が前記気化ガスを使用する部所に、他方の分岐管が排気管に夫々接続され、また各ガス導出管から分岐した前記一方の分岐管同士が、分岐点と前記気化ガスを使用する部所との間で合流される液体気化装置。

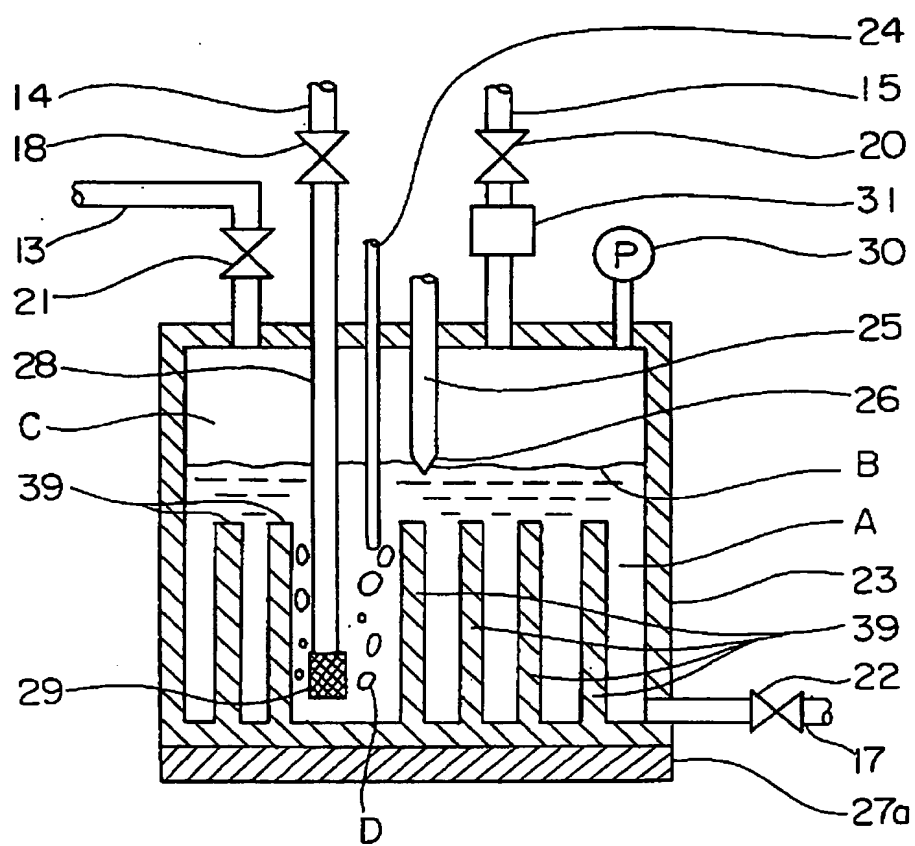
41. 前記複数の容器からのガス導出管同士が合流されて形成された1本の配管を、前記容器に近い側が前記分岐点より上方になるように傾け、またこの配管を二つに分岐させる際に、前記気化ガスを使用する部所に接続される一方の分岐管は上方に、排気管に接続される他方の分岐管は下方に分岐される請求項40記載の液体気化装置。

-78-

42. 前記各ガス導出管の合流部では、前記各ガス導出管が各々別個に上方より、前記容器で発生させた気化ガスを使用する部所に連なる配管に合流するようにした請求項40記載の液体気化装置。

43. 前記複数の容器を、各容器に付設された前記バブリング管、前記ガス導出管、前記温度検出手段及び前記温度調節手段とともに、互いに分離されるように断熱性部材で覆った請求項40記載の液体気化装置。





2750

図 2

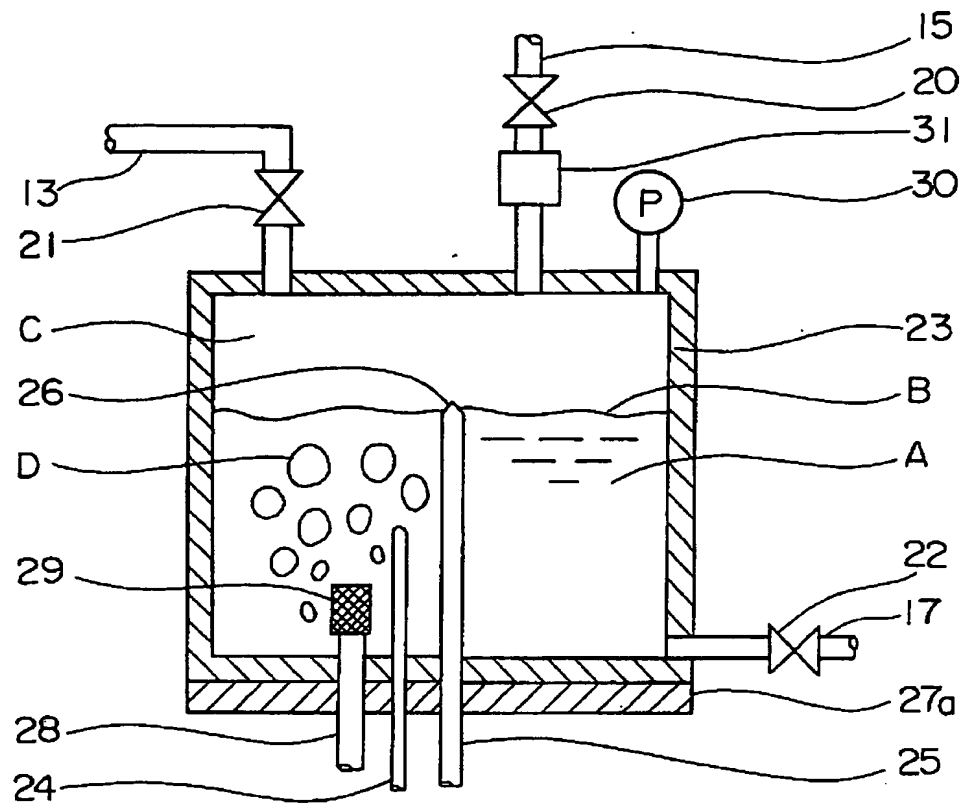


図 3

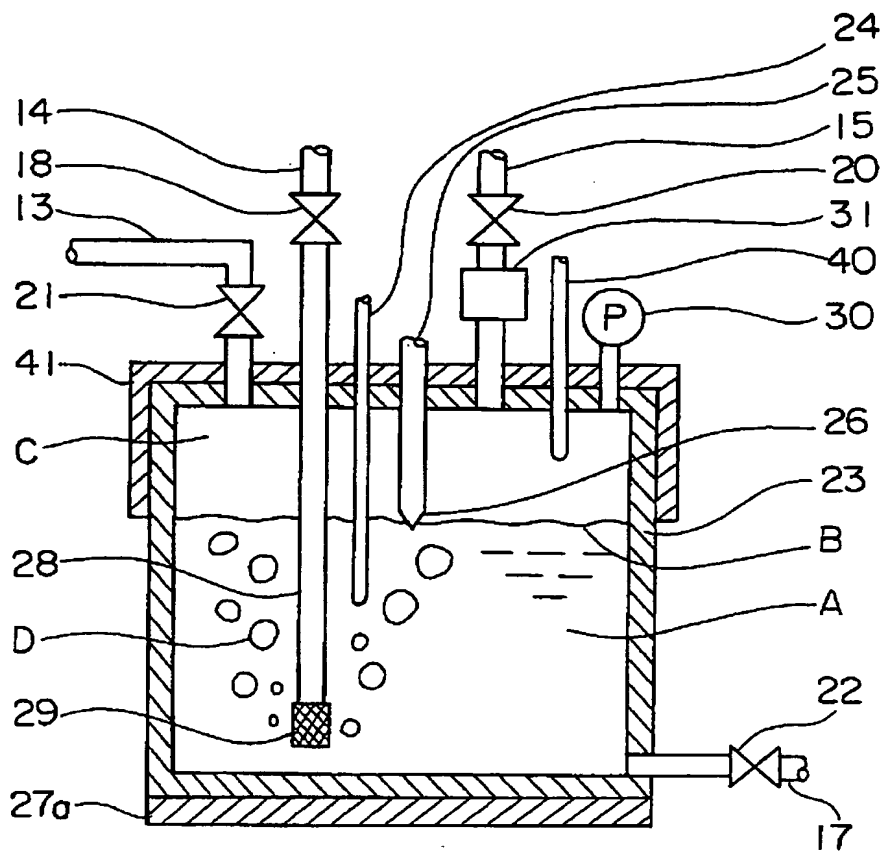


図 4

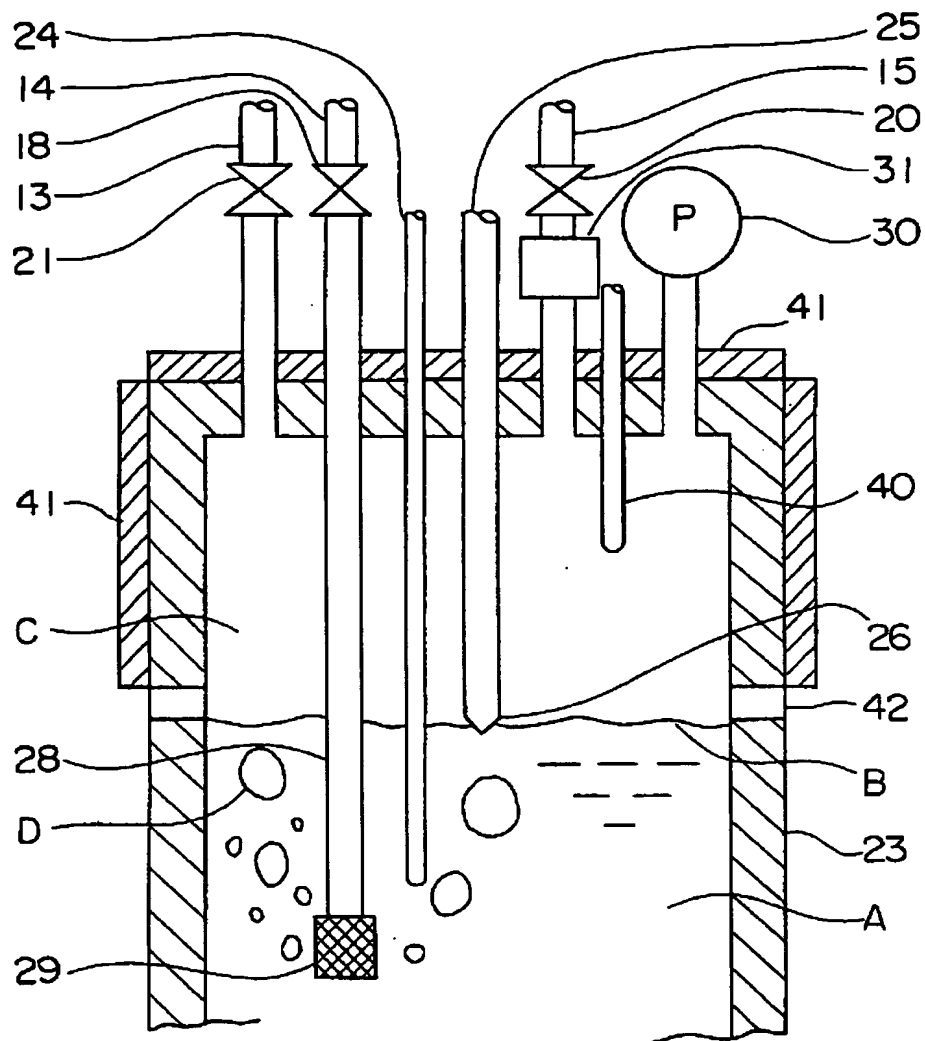


図 5

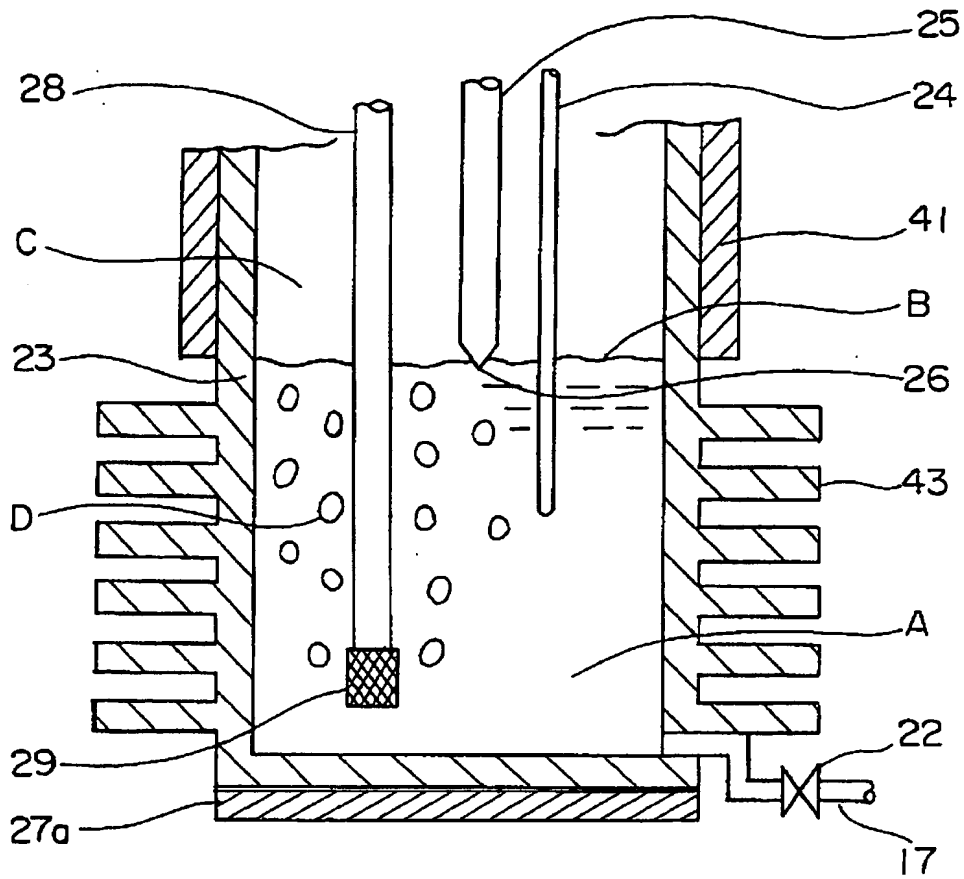


図 6

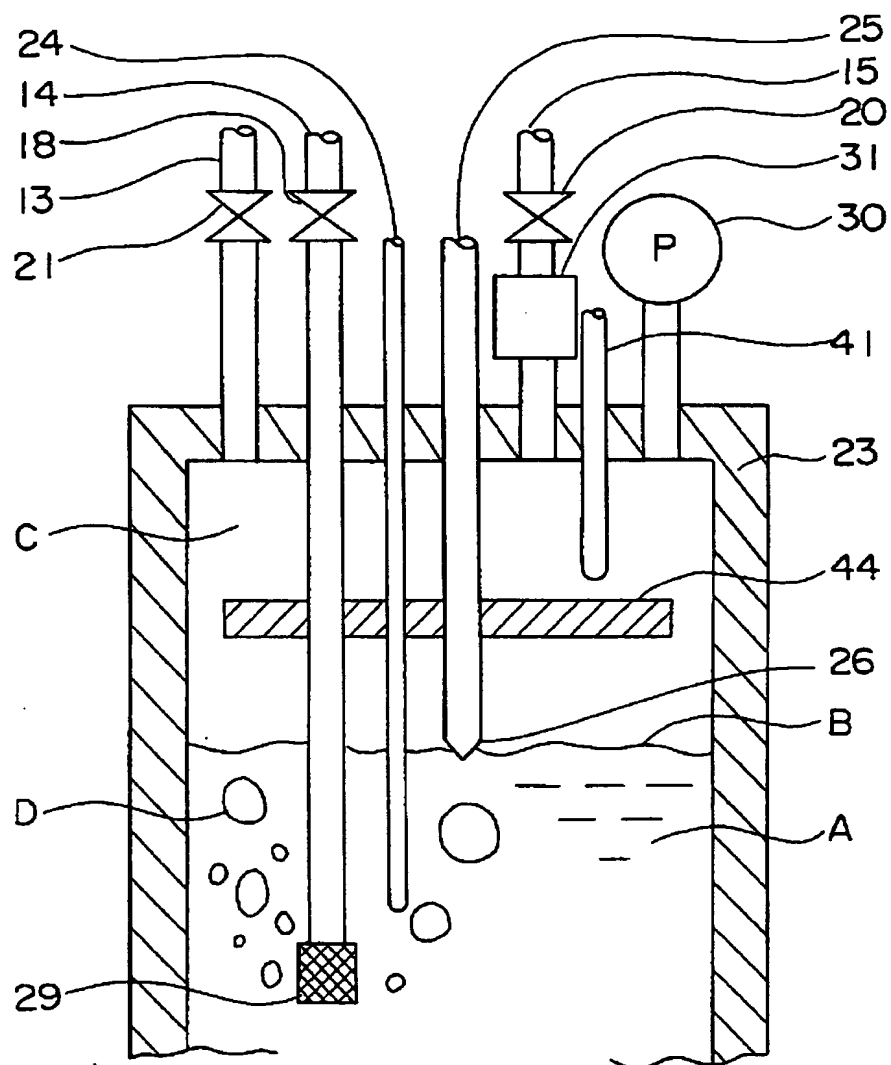


図 7

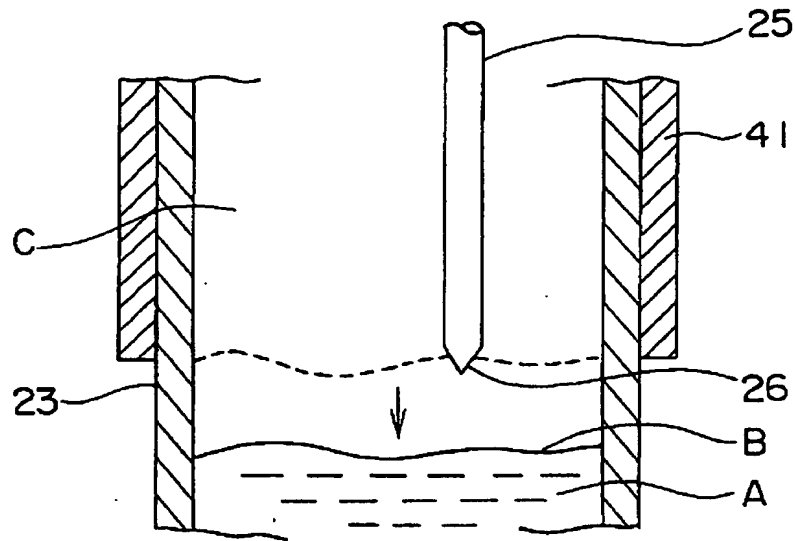


図 8

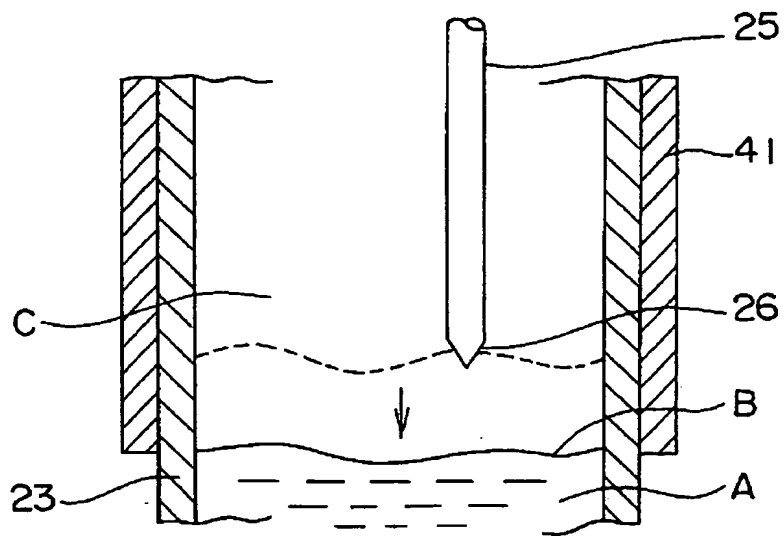


図 9

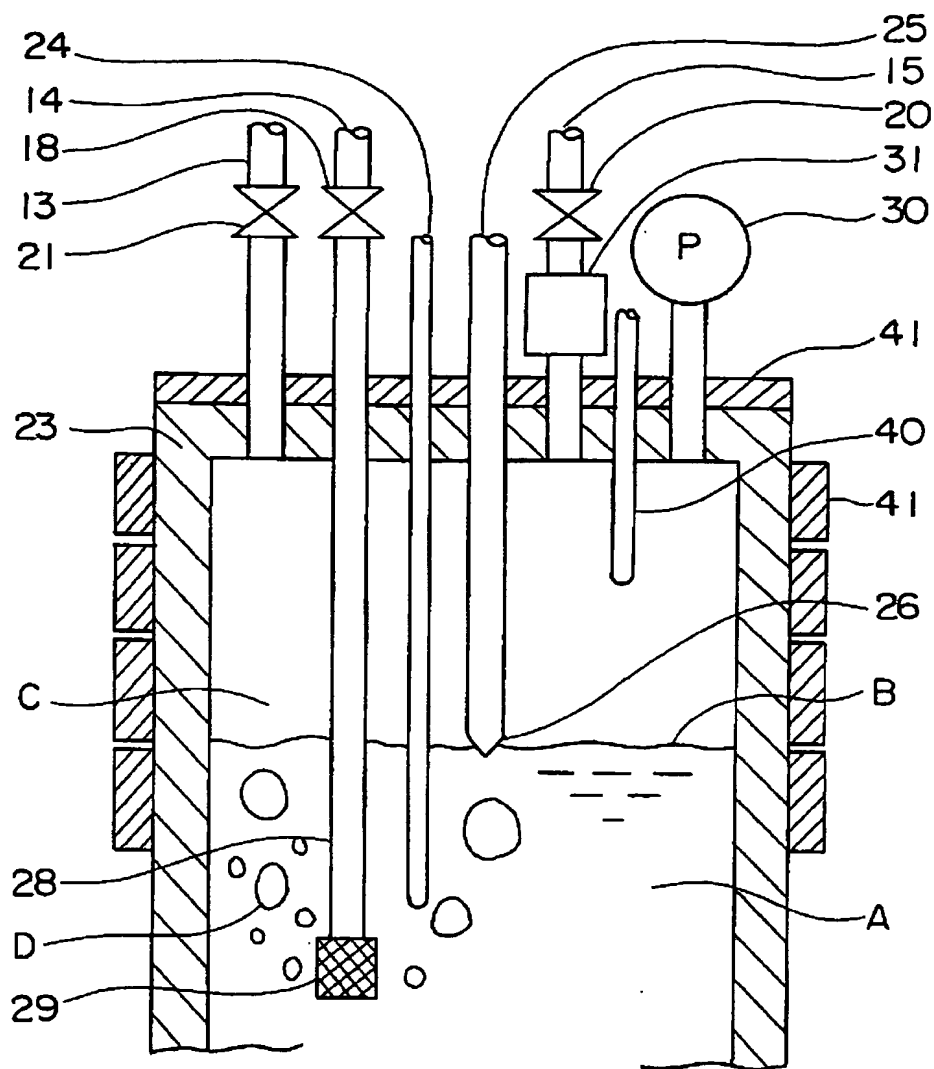






図 11

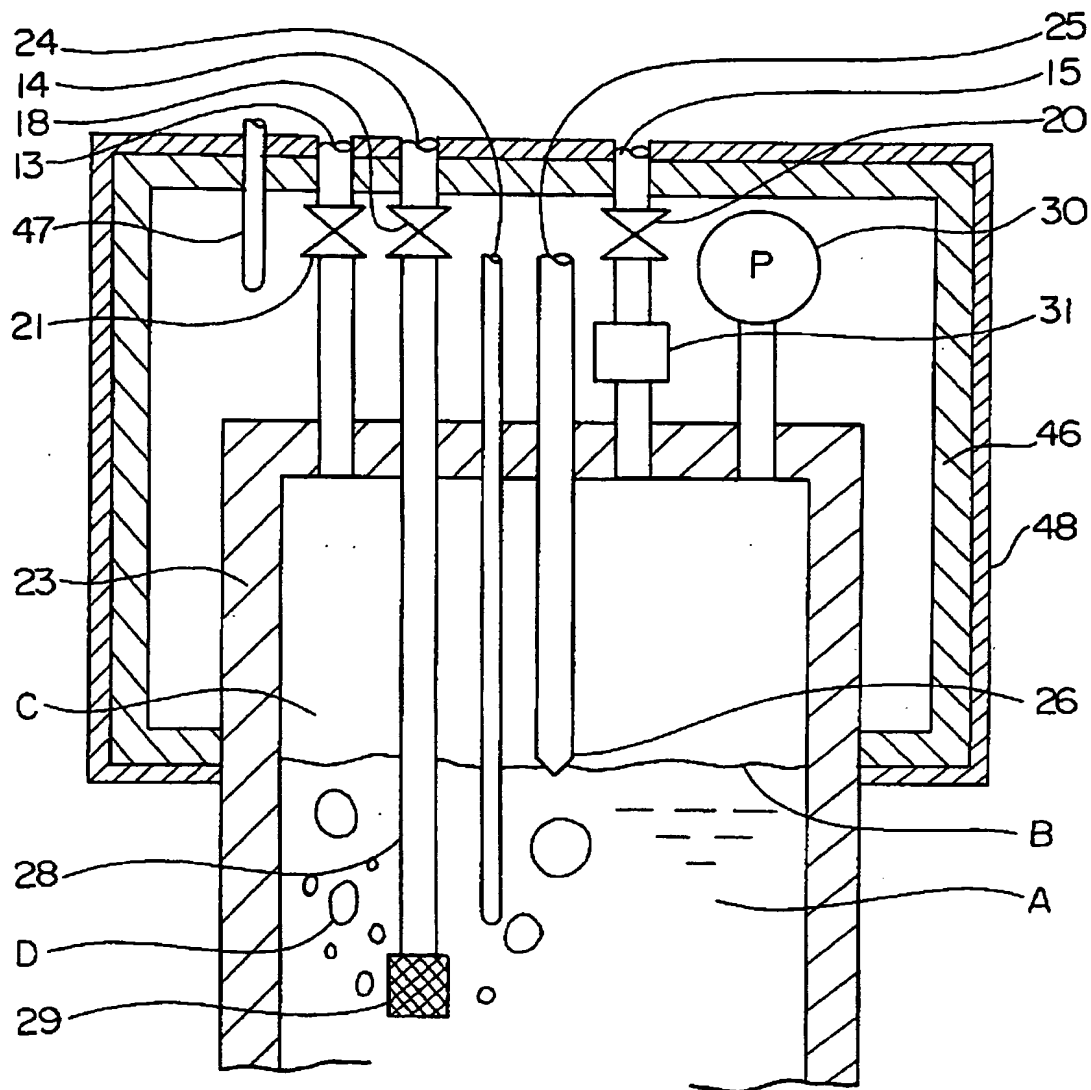


図 12

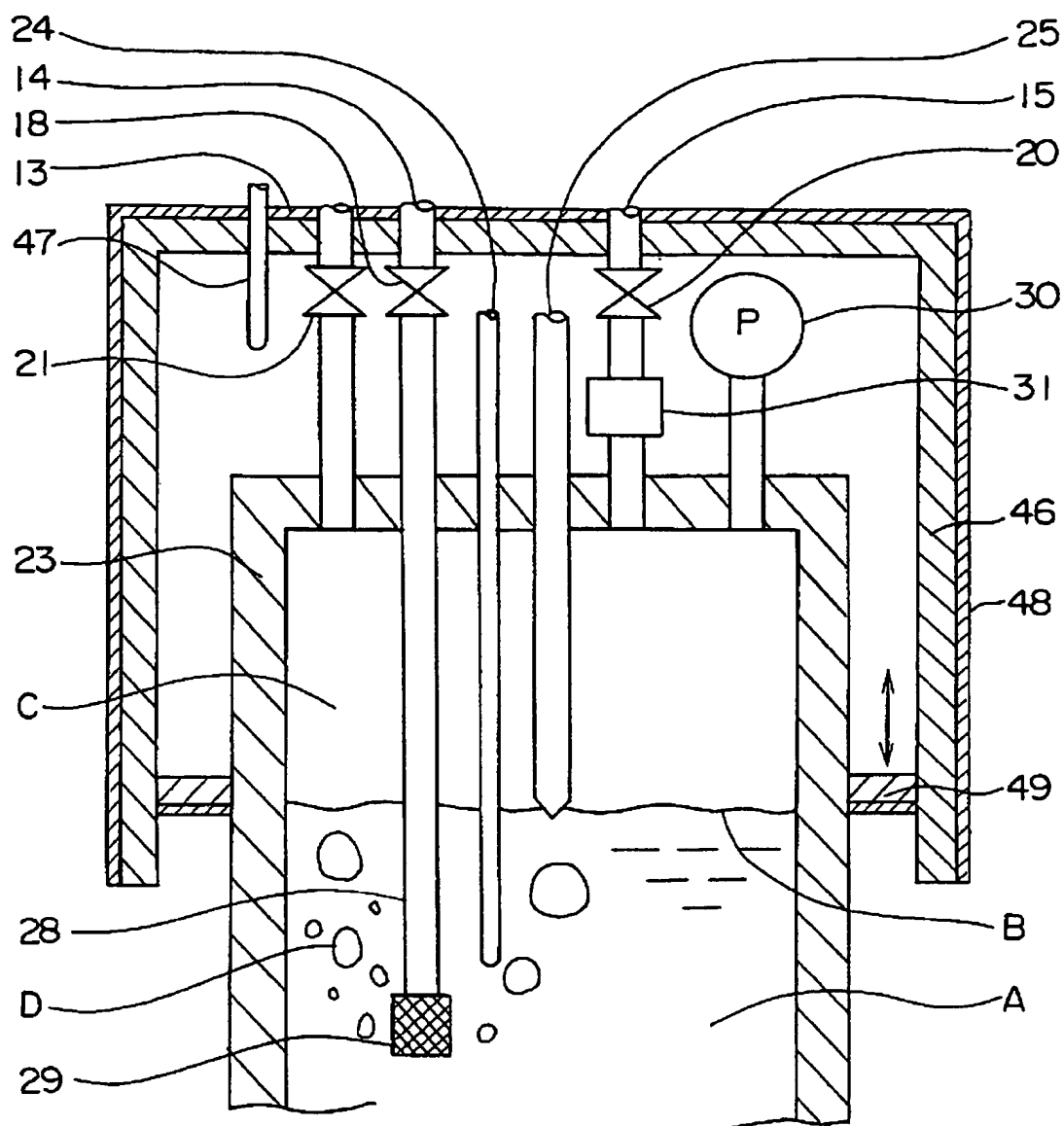


図 13

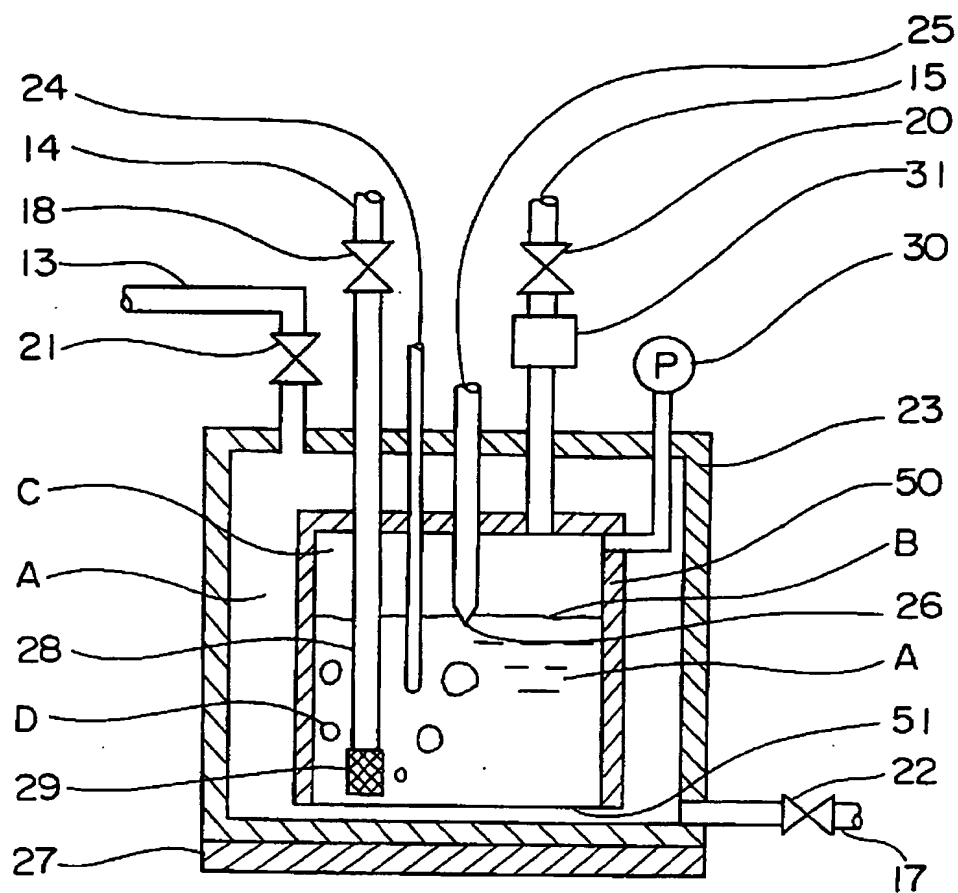


図 14

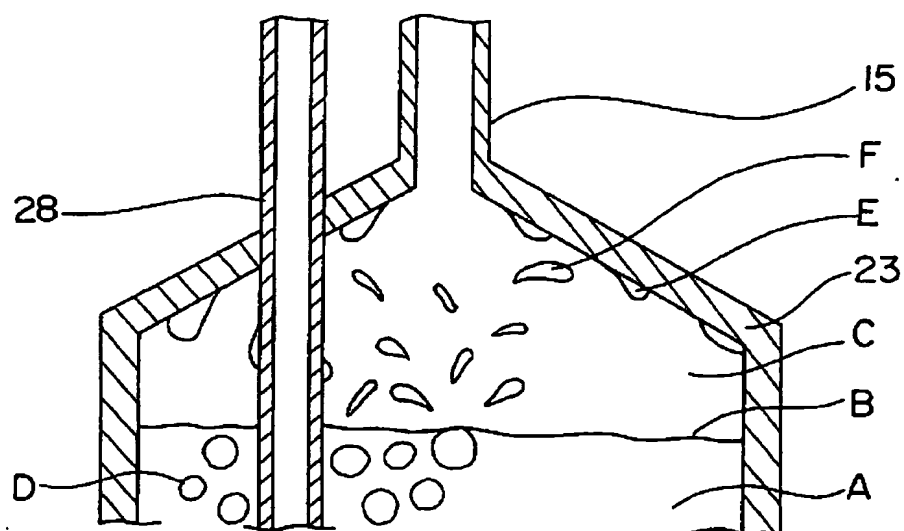


図 15

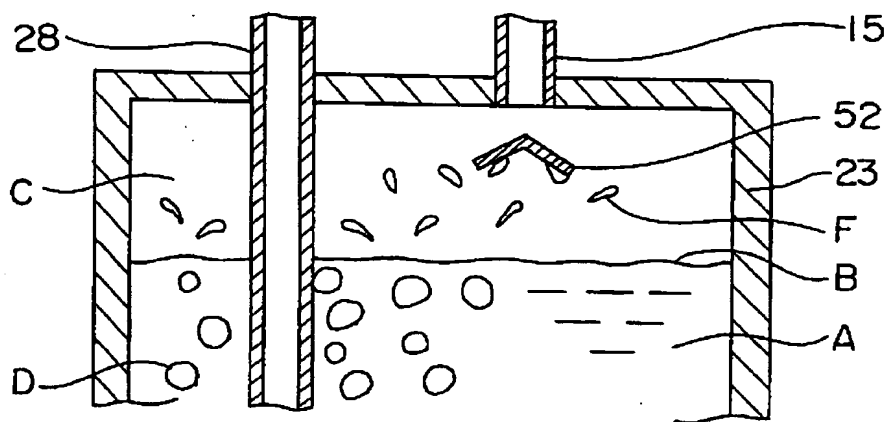


図 16

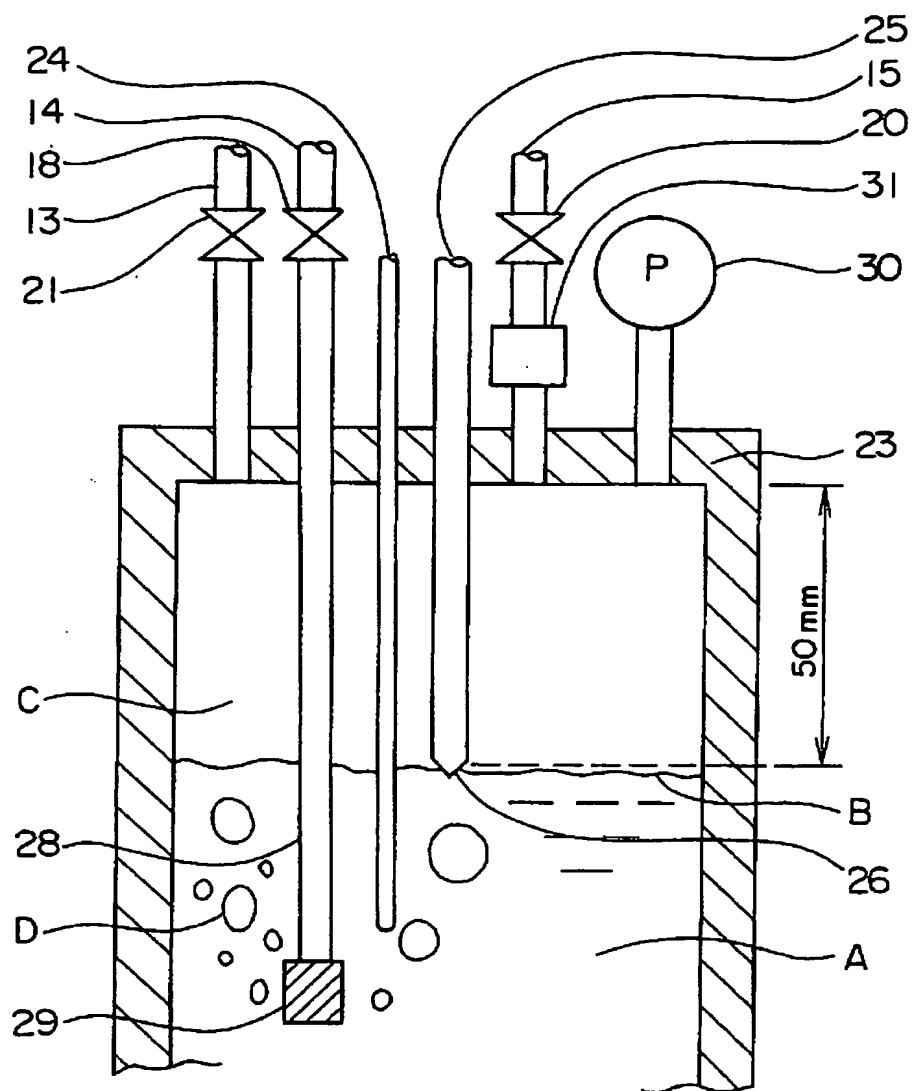


図 17

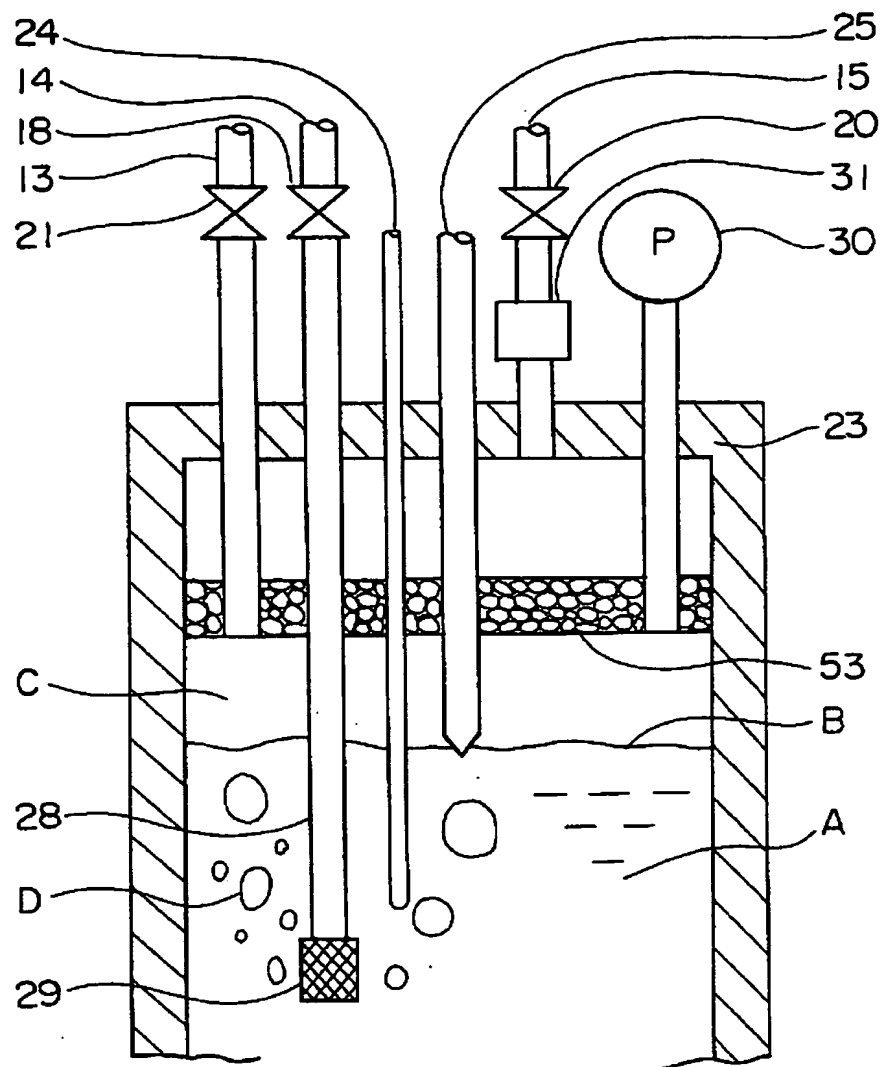


図 18

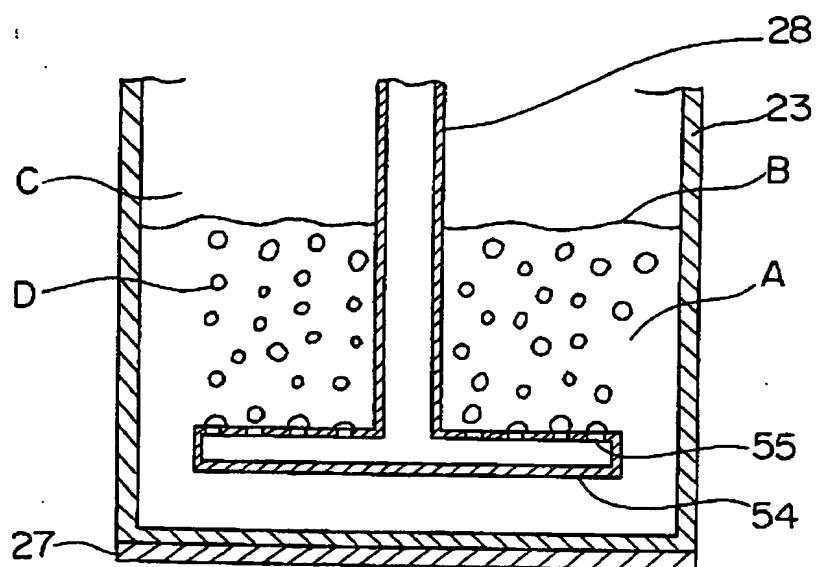


図 19

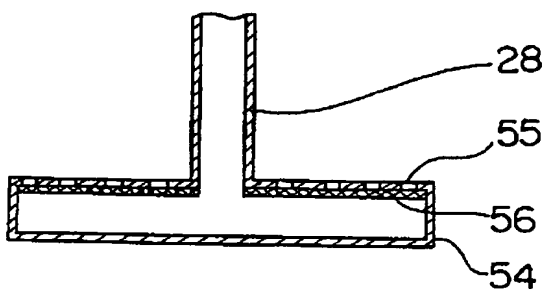




図 20

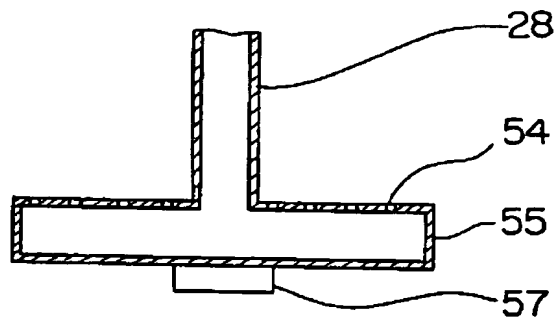


図 21

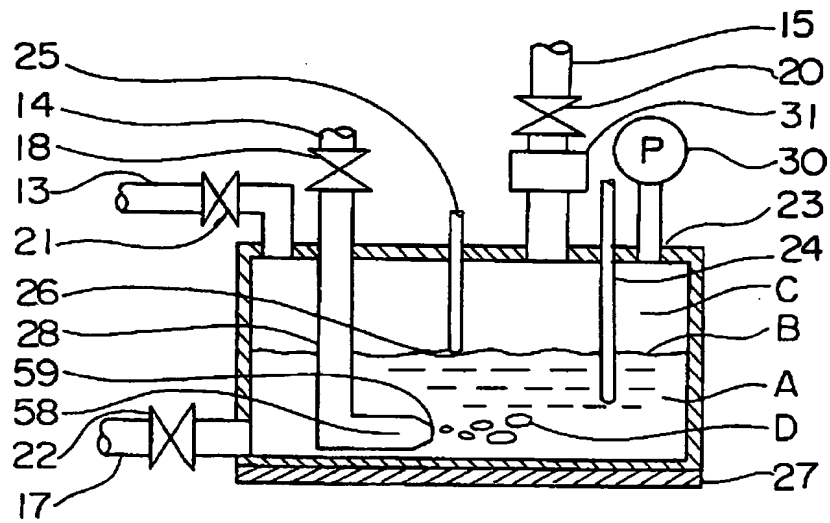


図 22

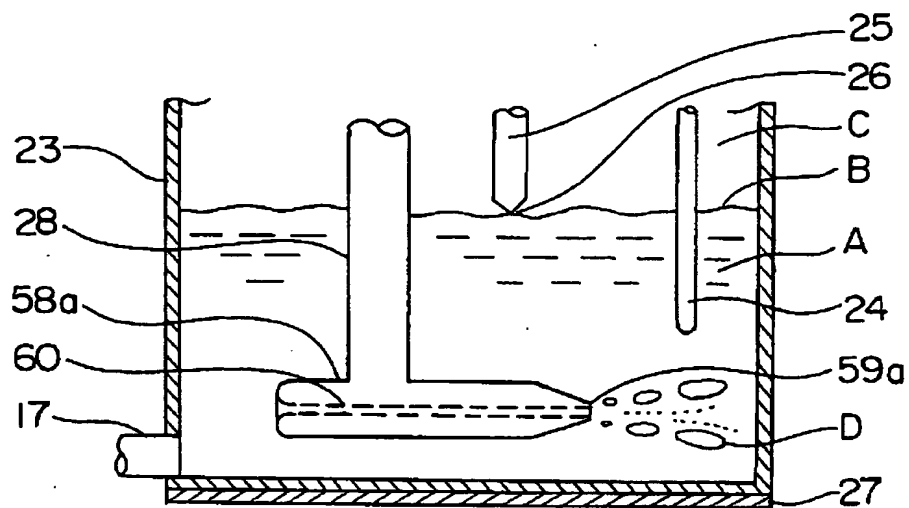


図 23

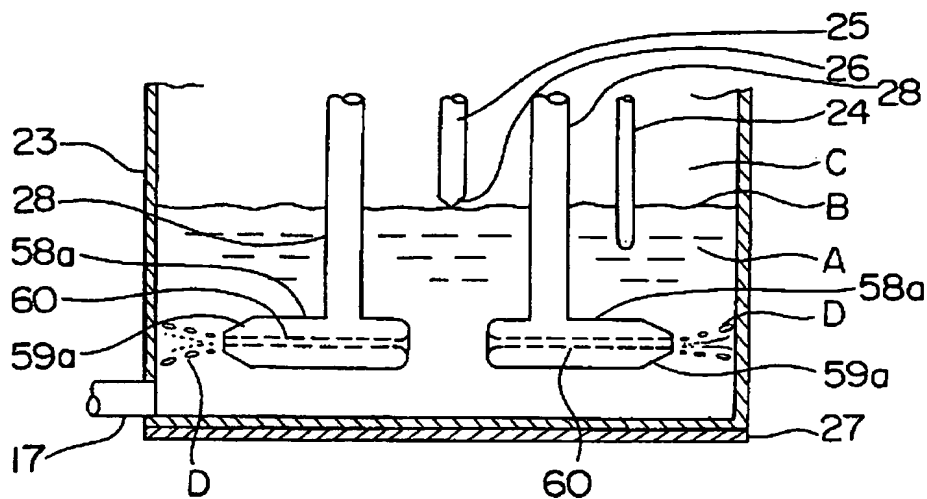


図 24

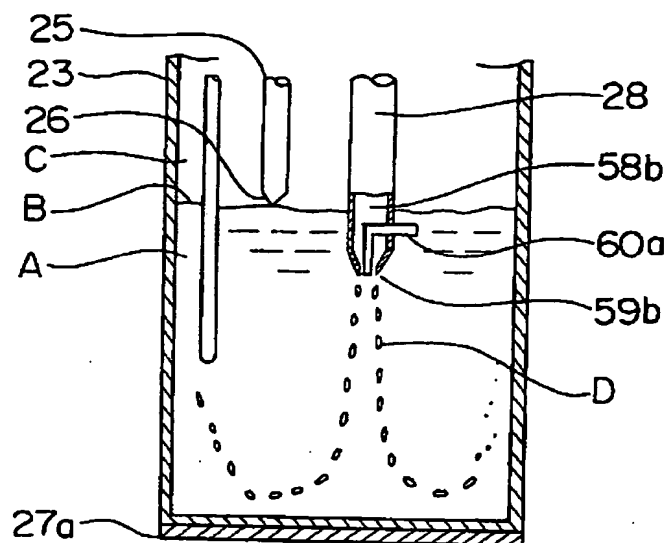


図 25

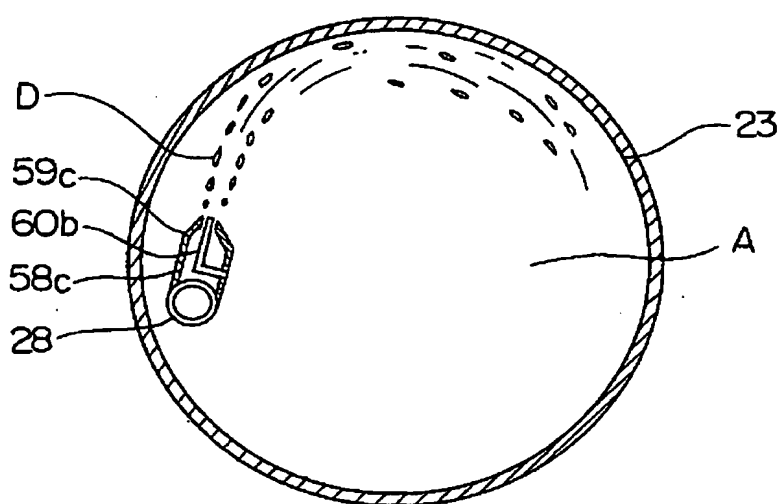


図 26

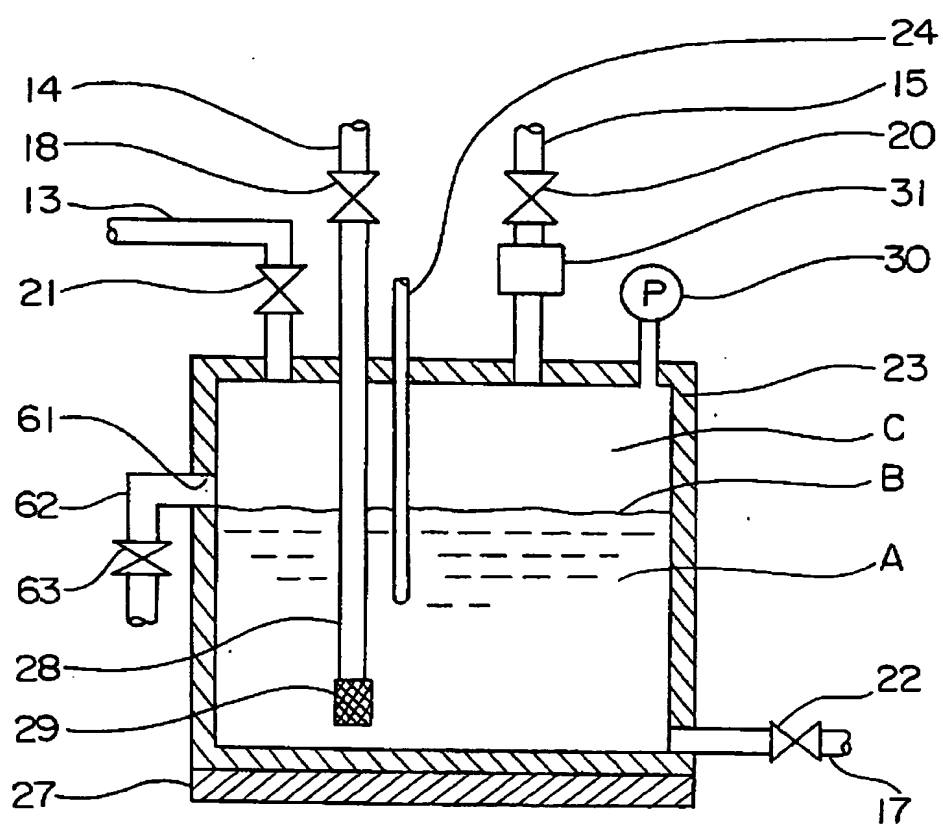


図 27

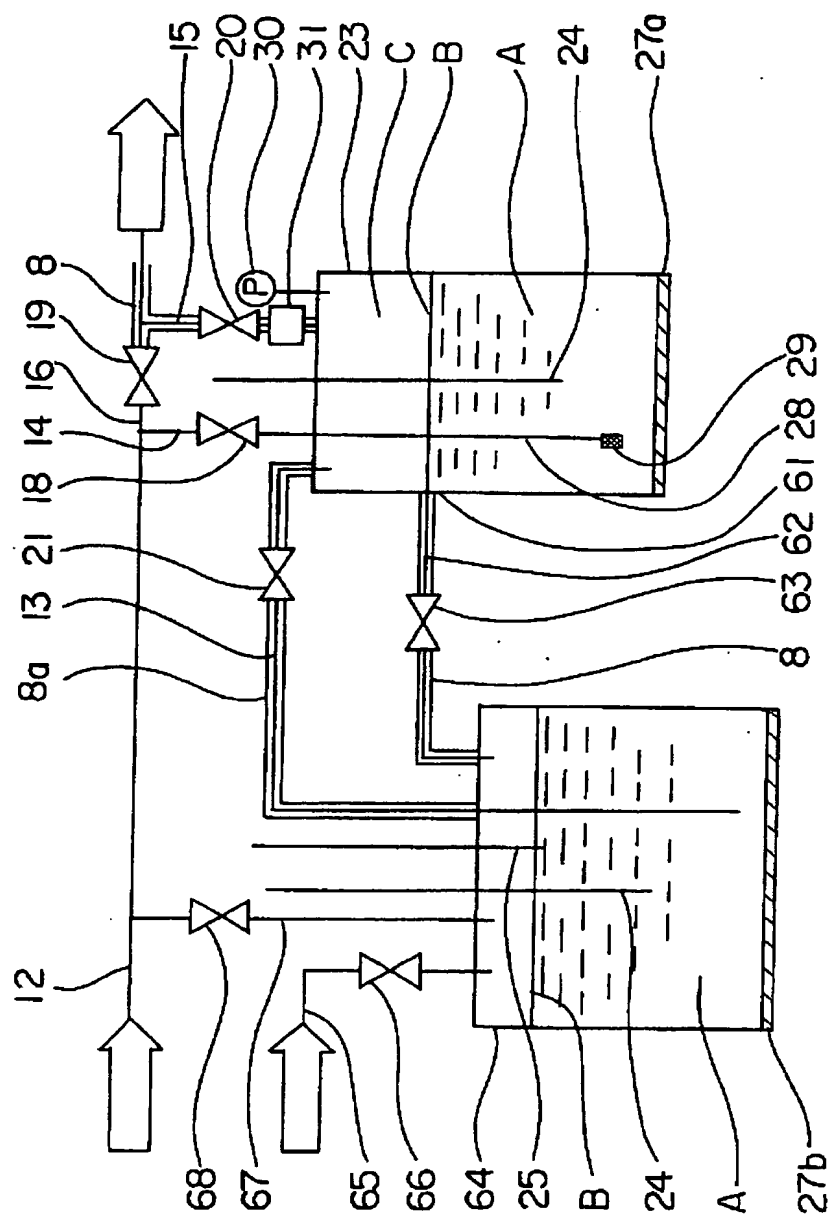


図 28

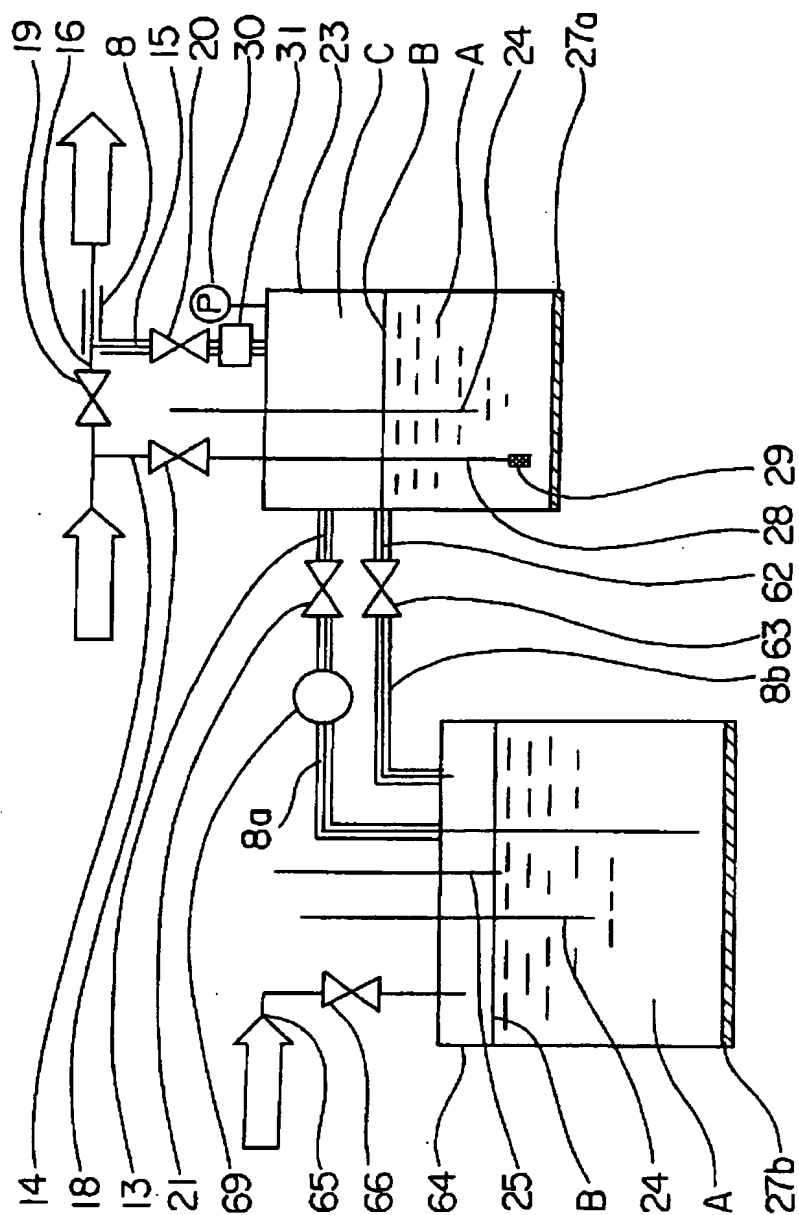


図 29

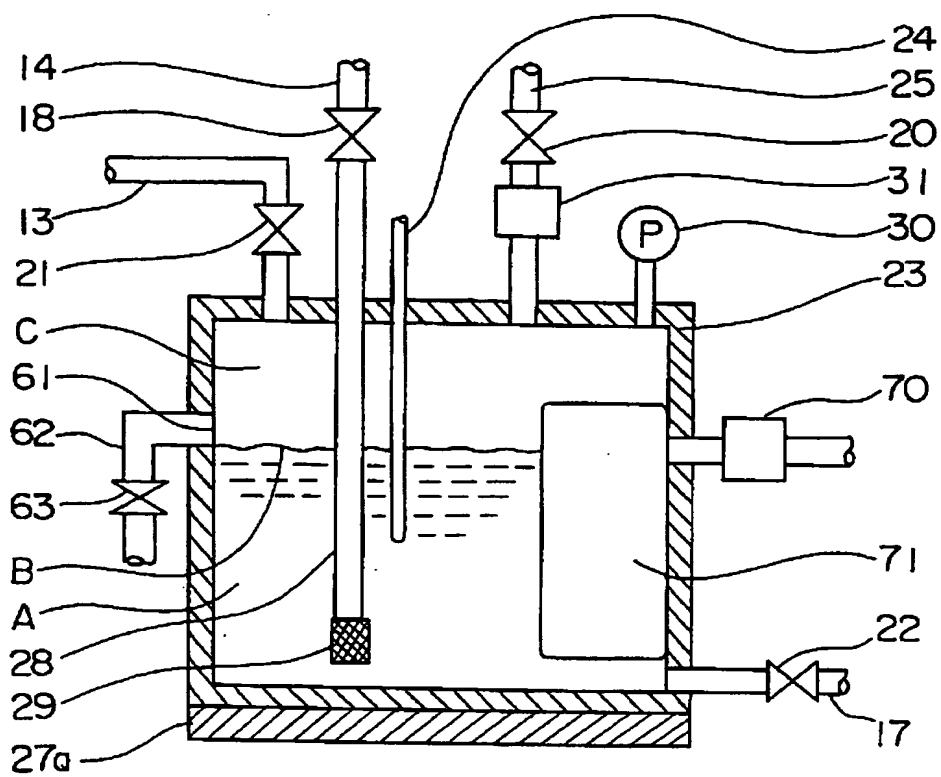


図 30

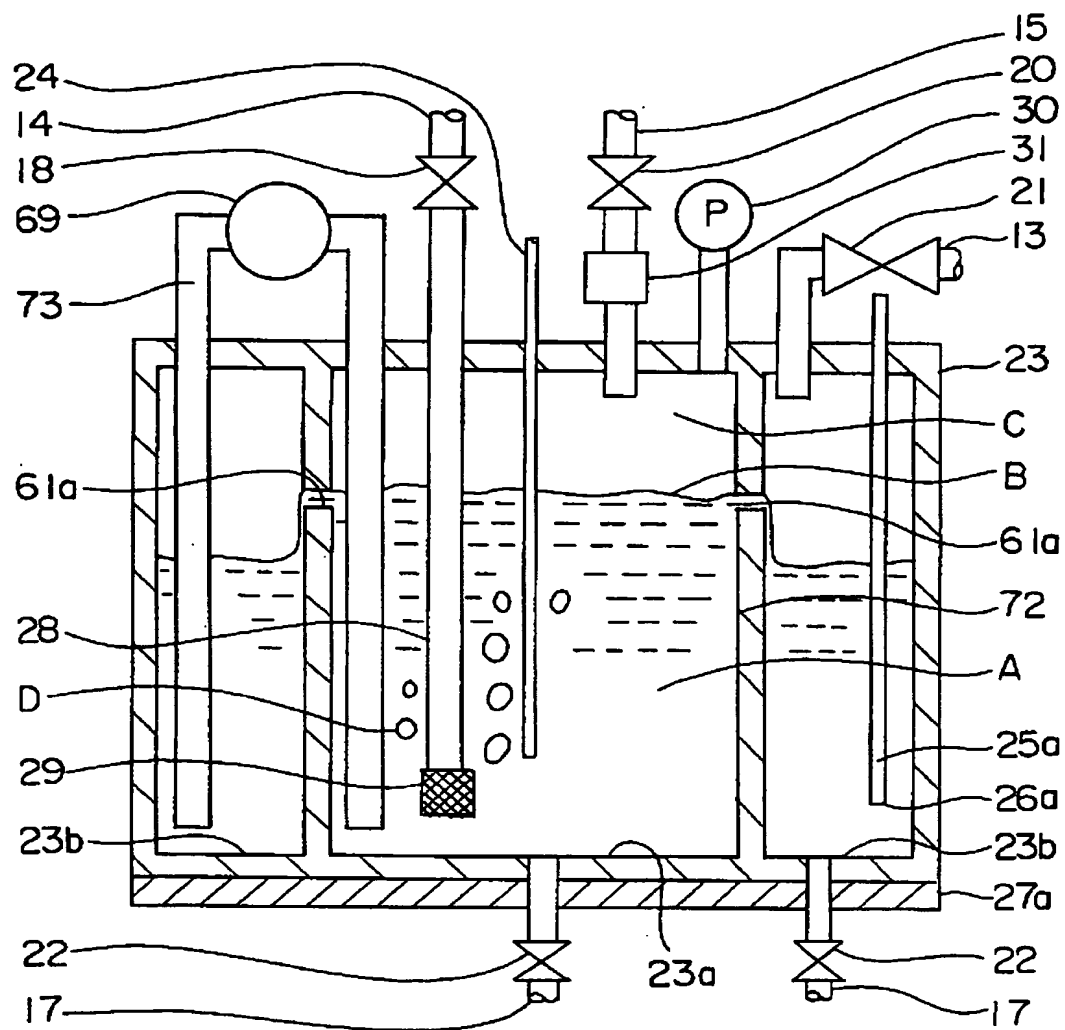
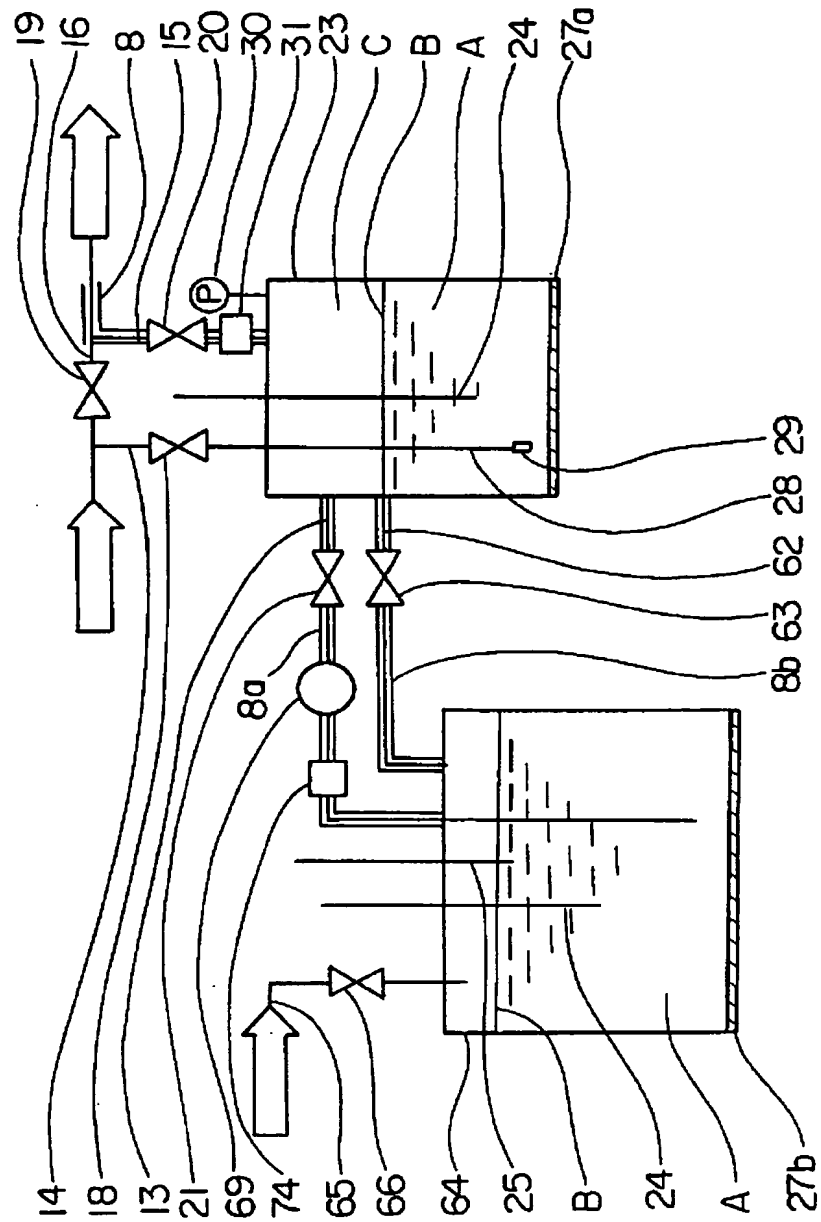


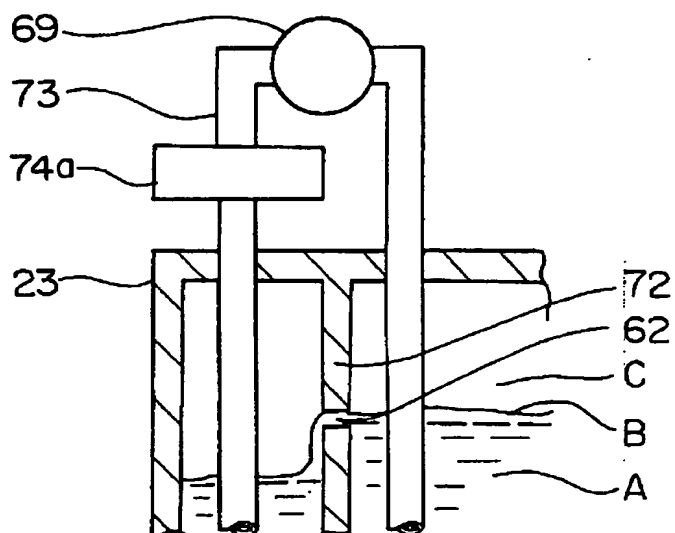


図 31



26 / 50

☒ 32



☒ 33

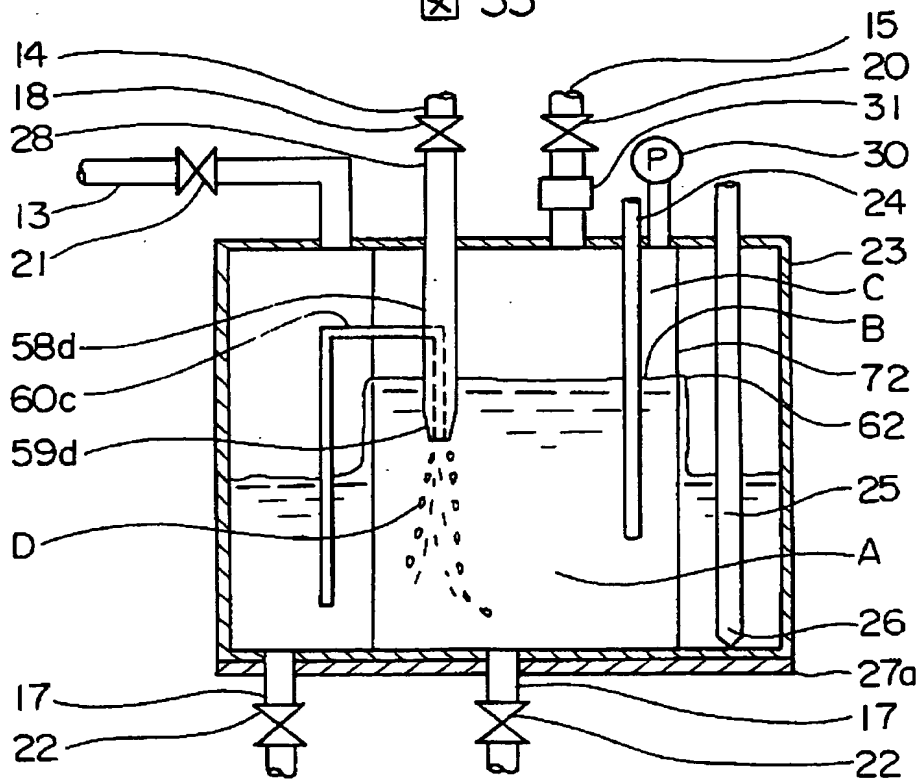


図 34

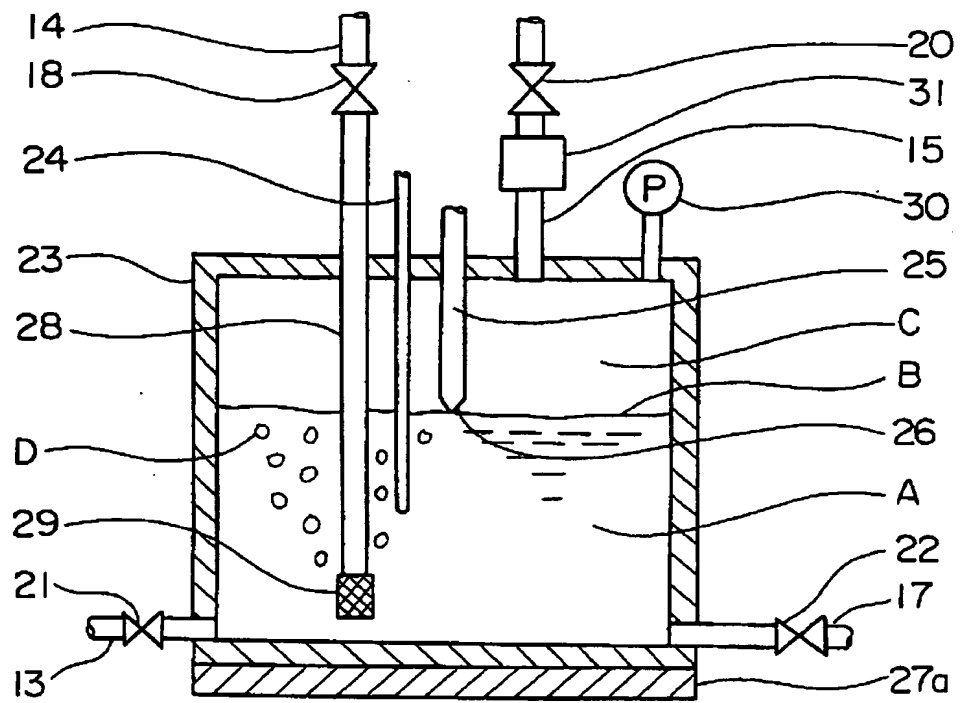


図 35

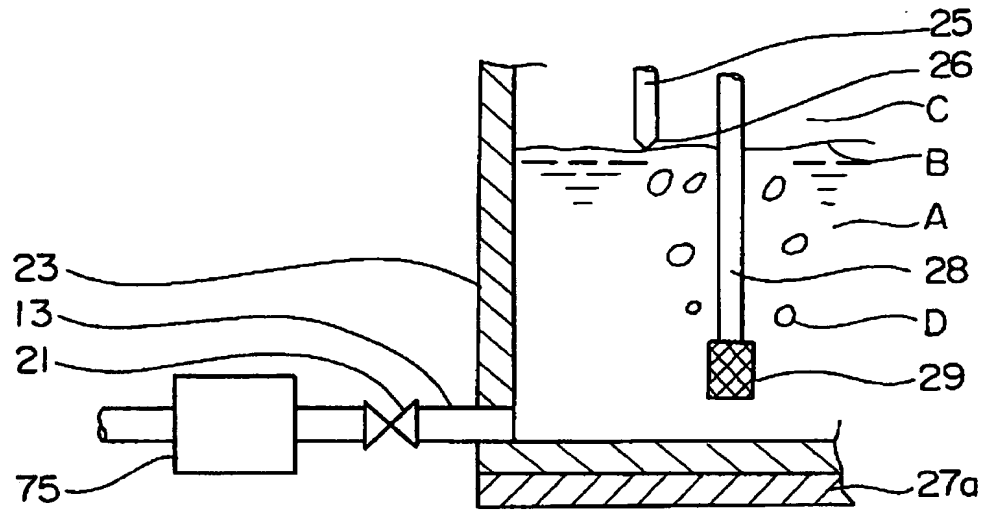


図 36

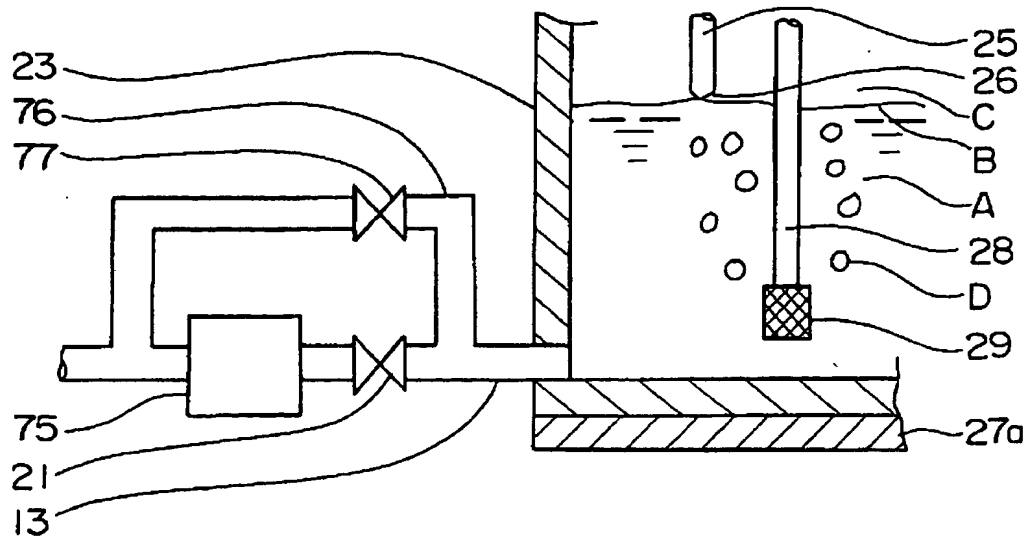


図 37

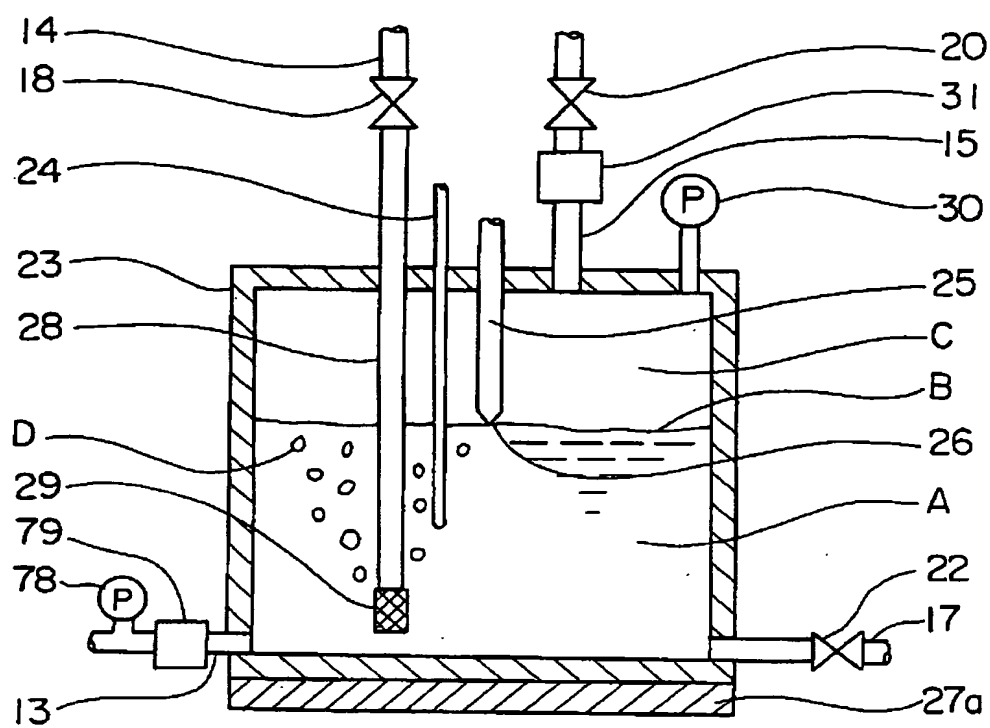


図 38

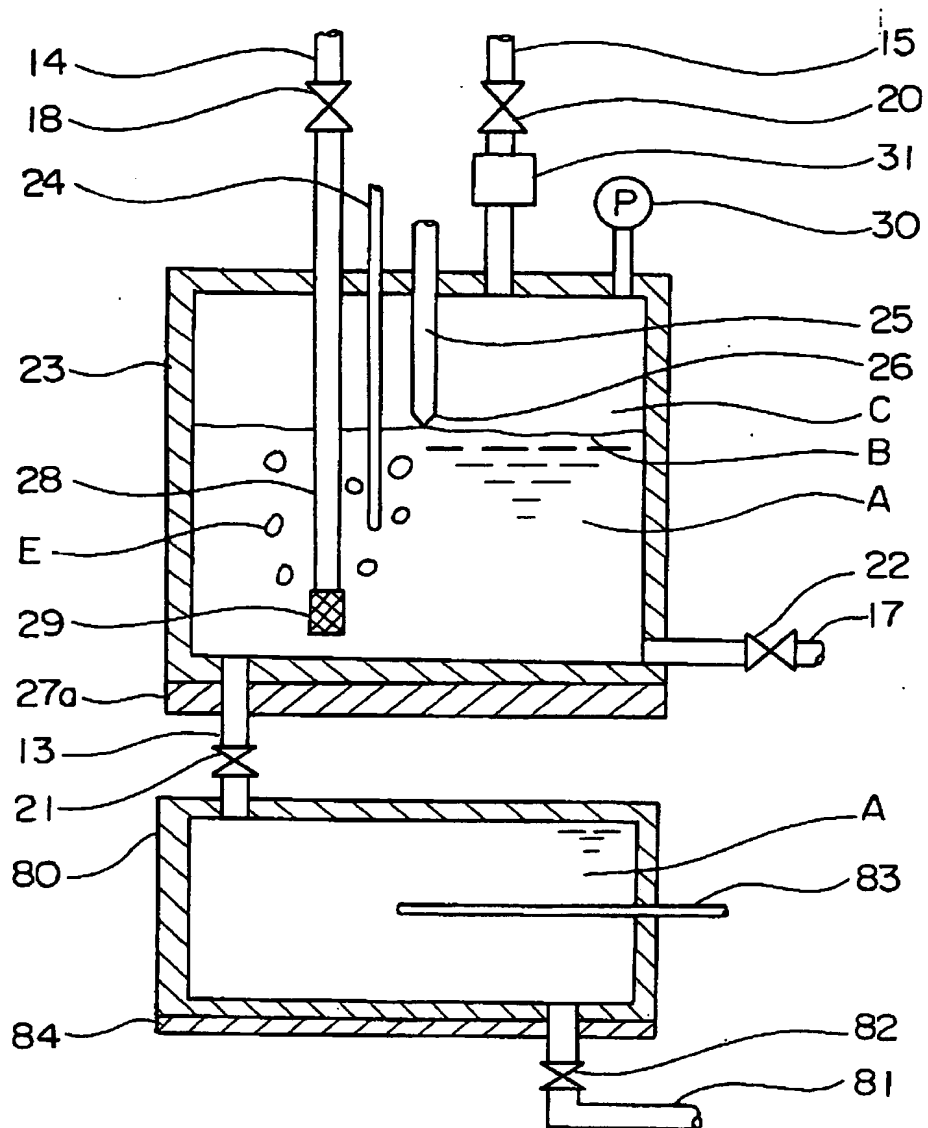


図 39

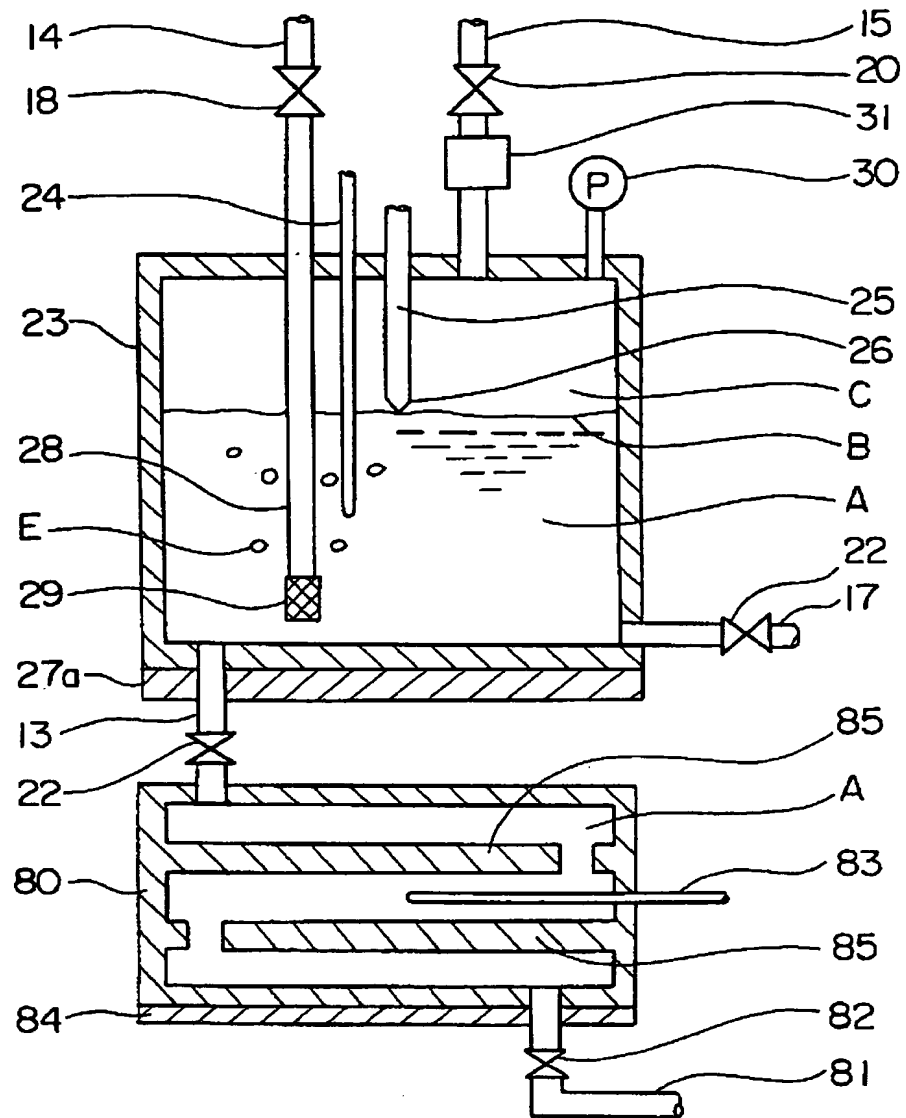


図 40

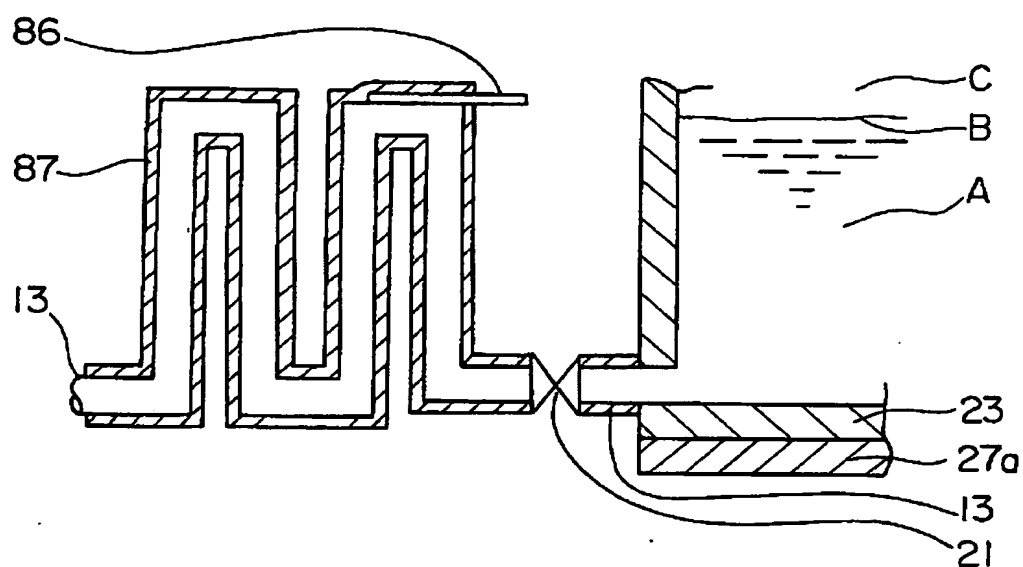


図 41

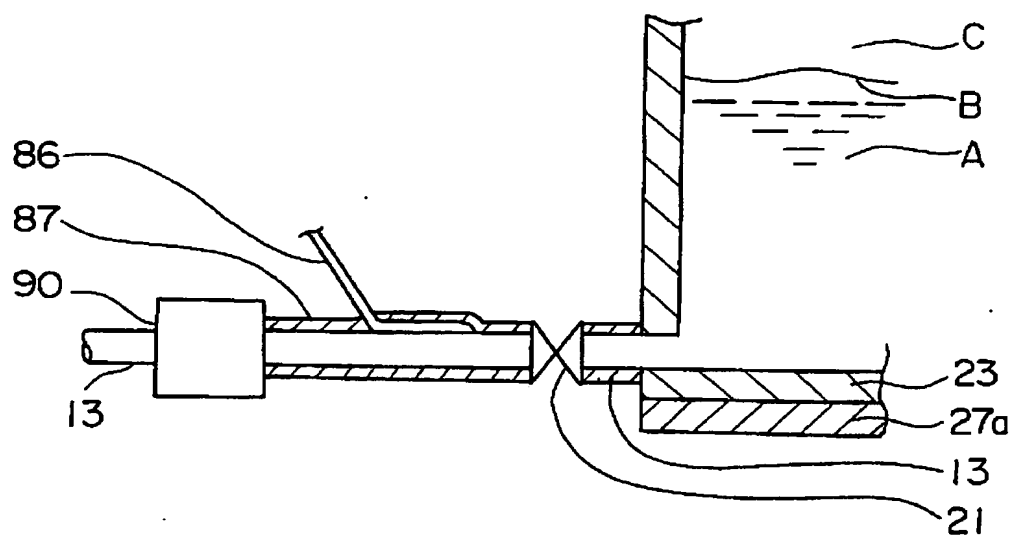




図 42

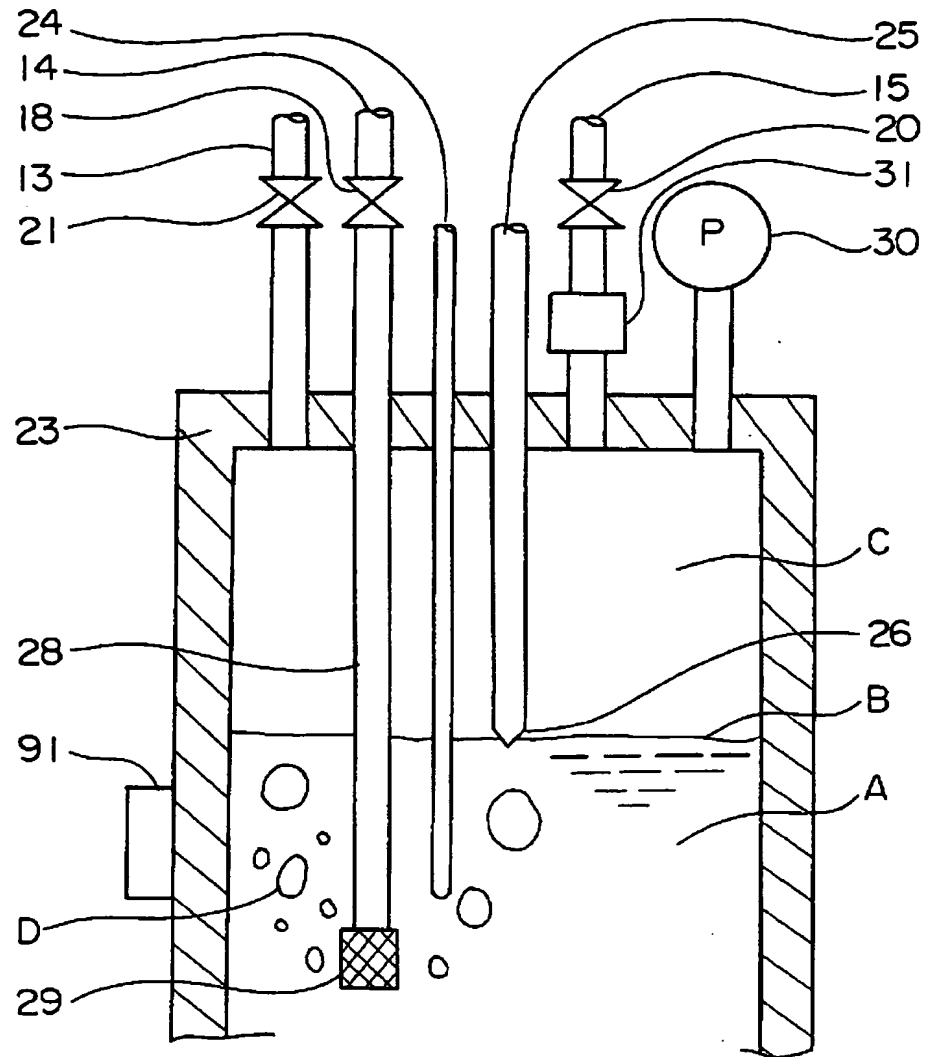


図 43

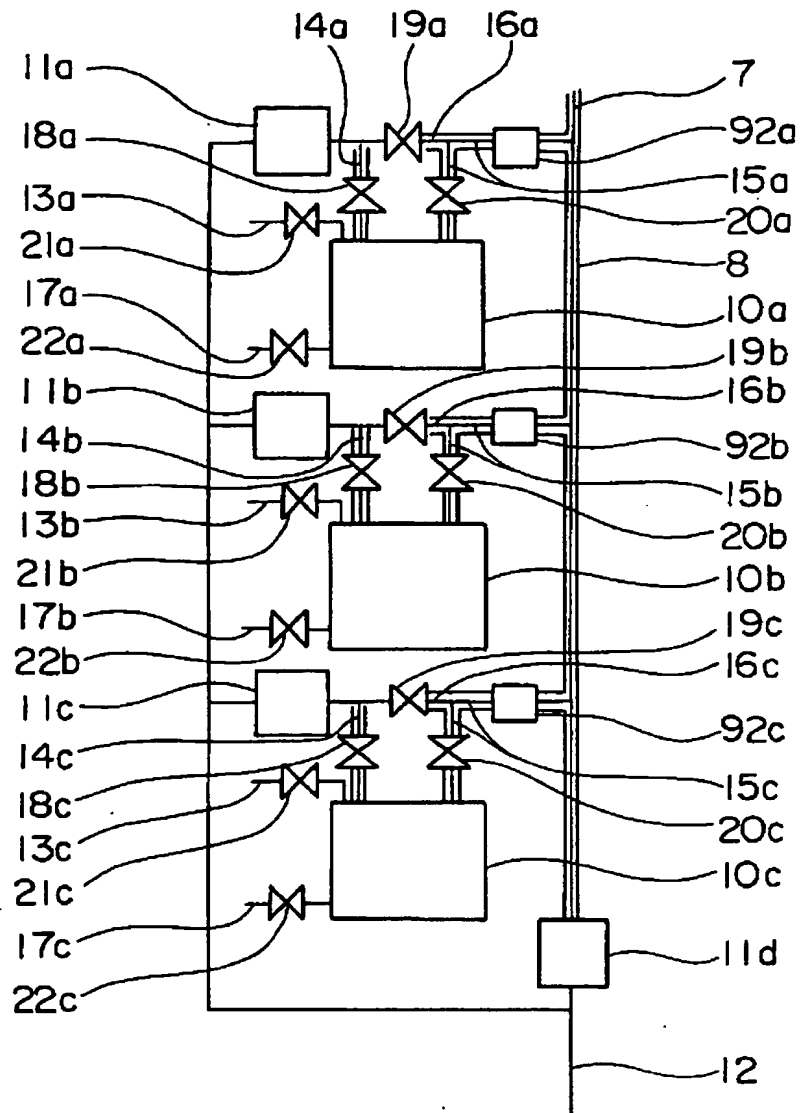


図 44

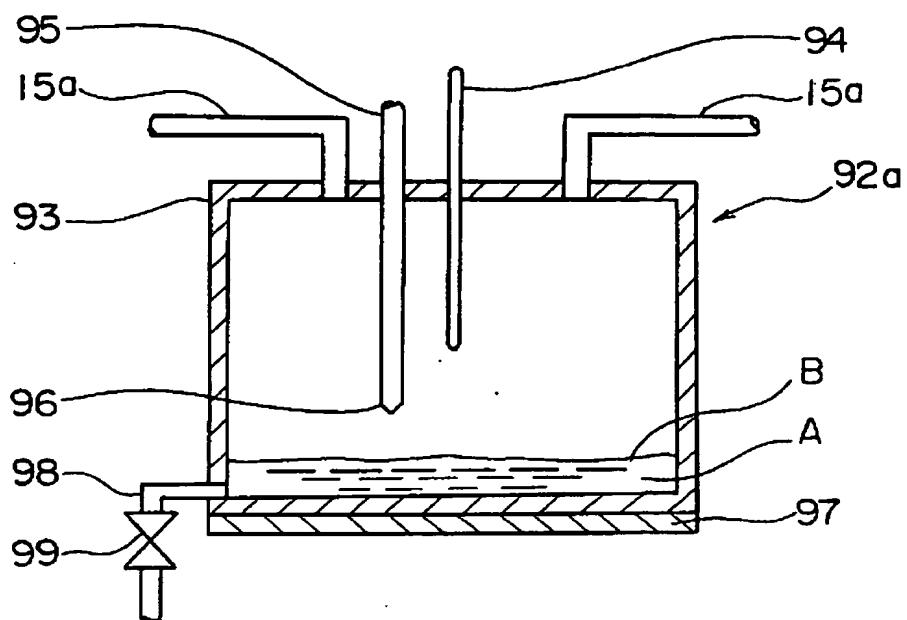


図 45

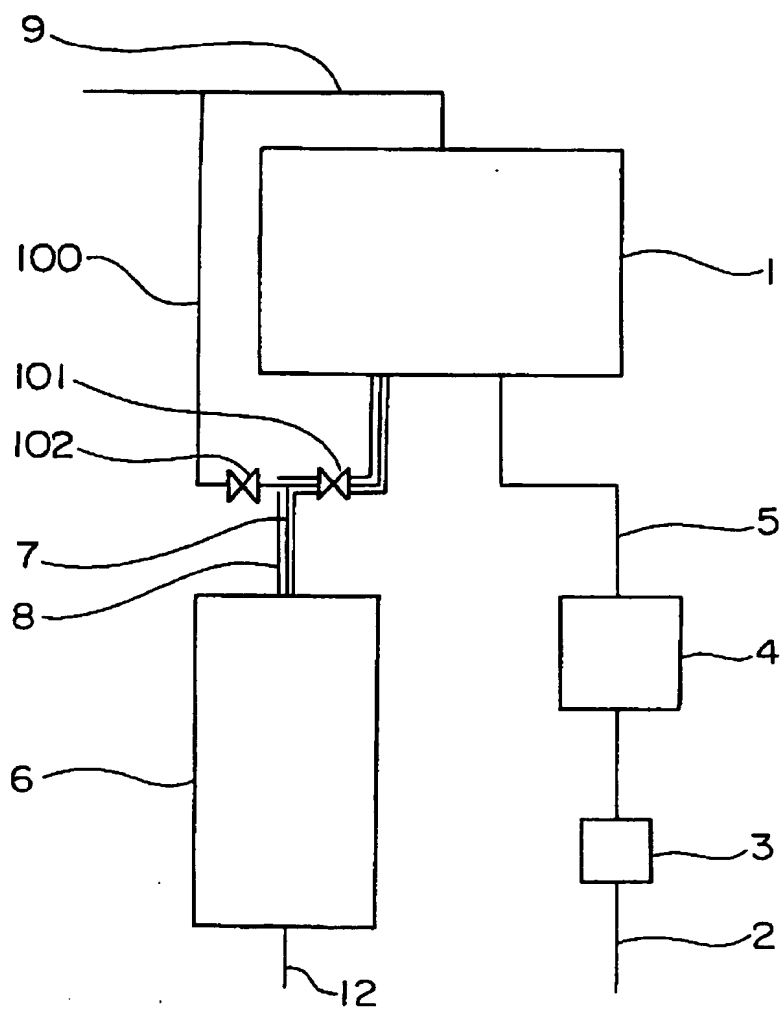


図 46

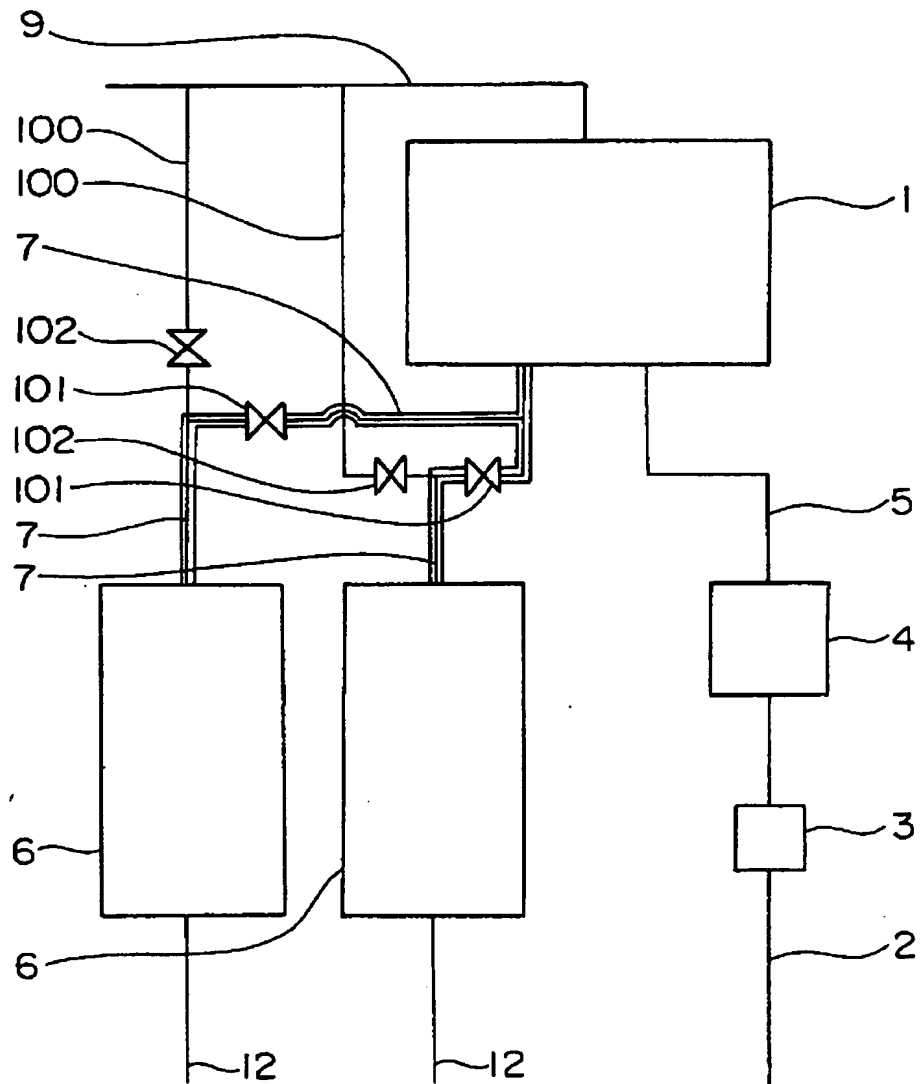


図 47

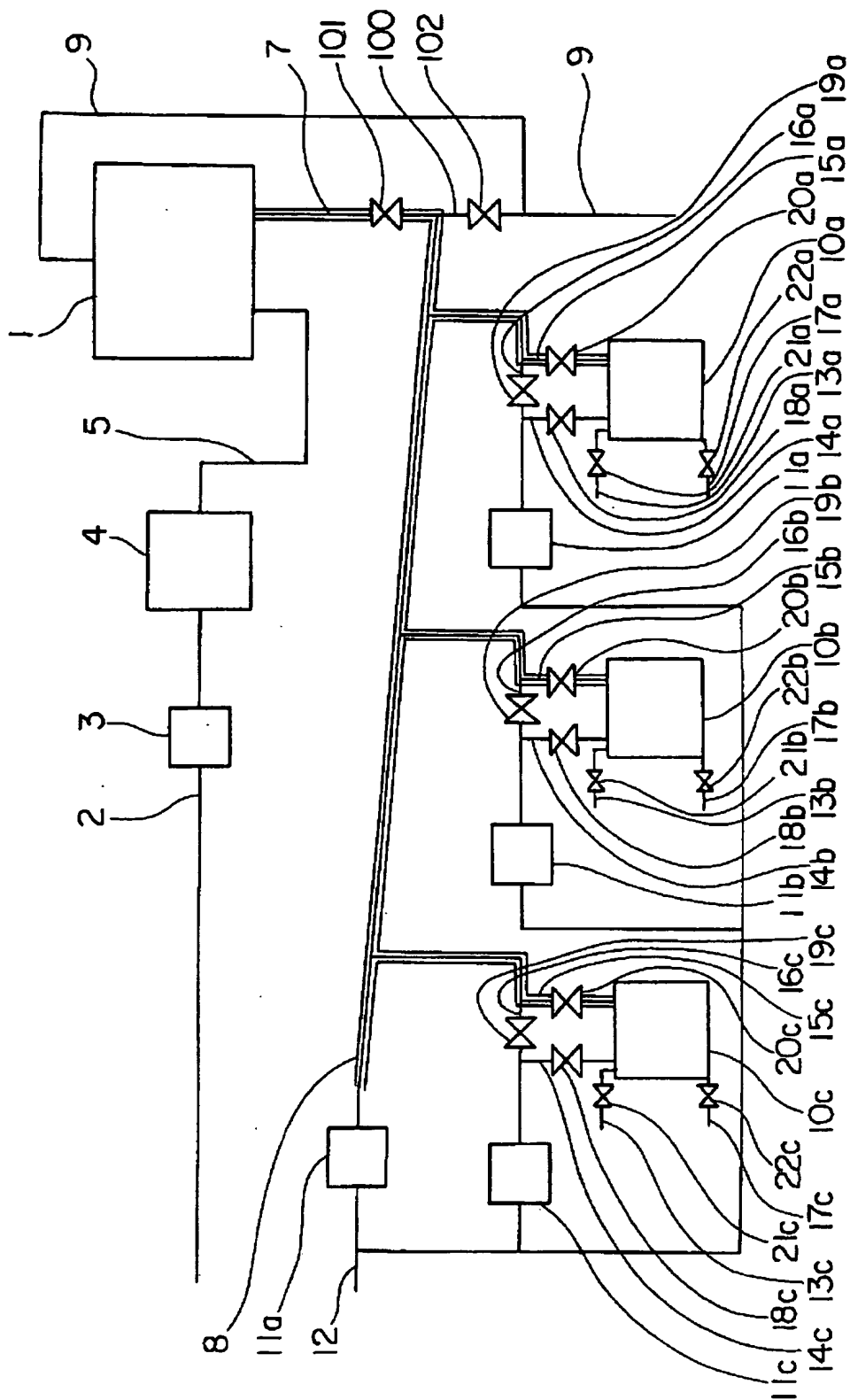


図 48

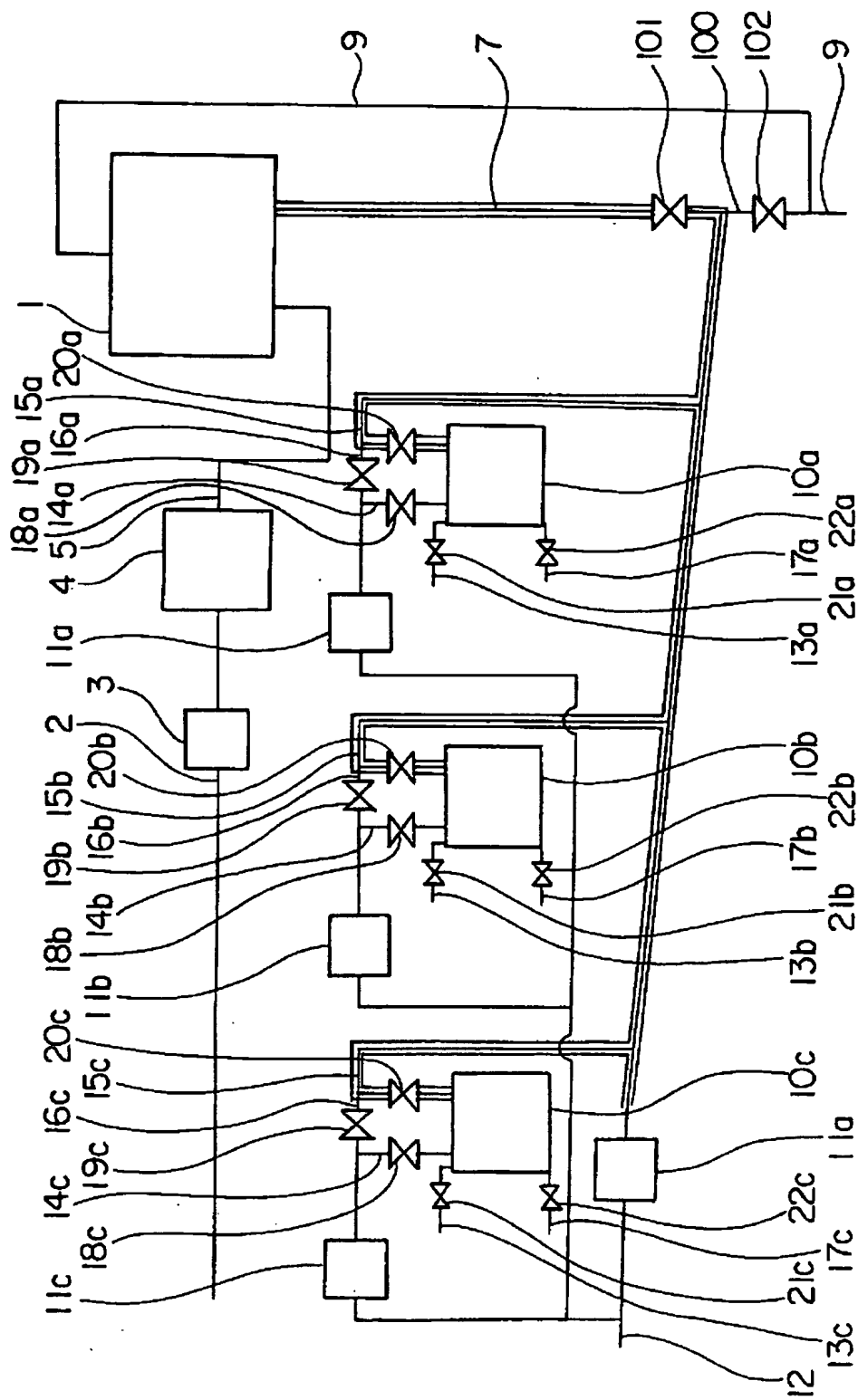


図 49

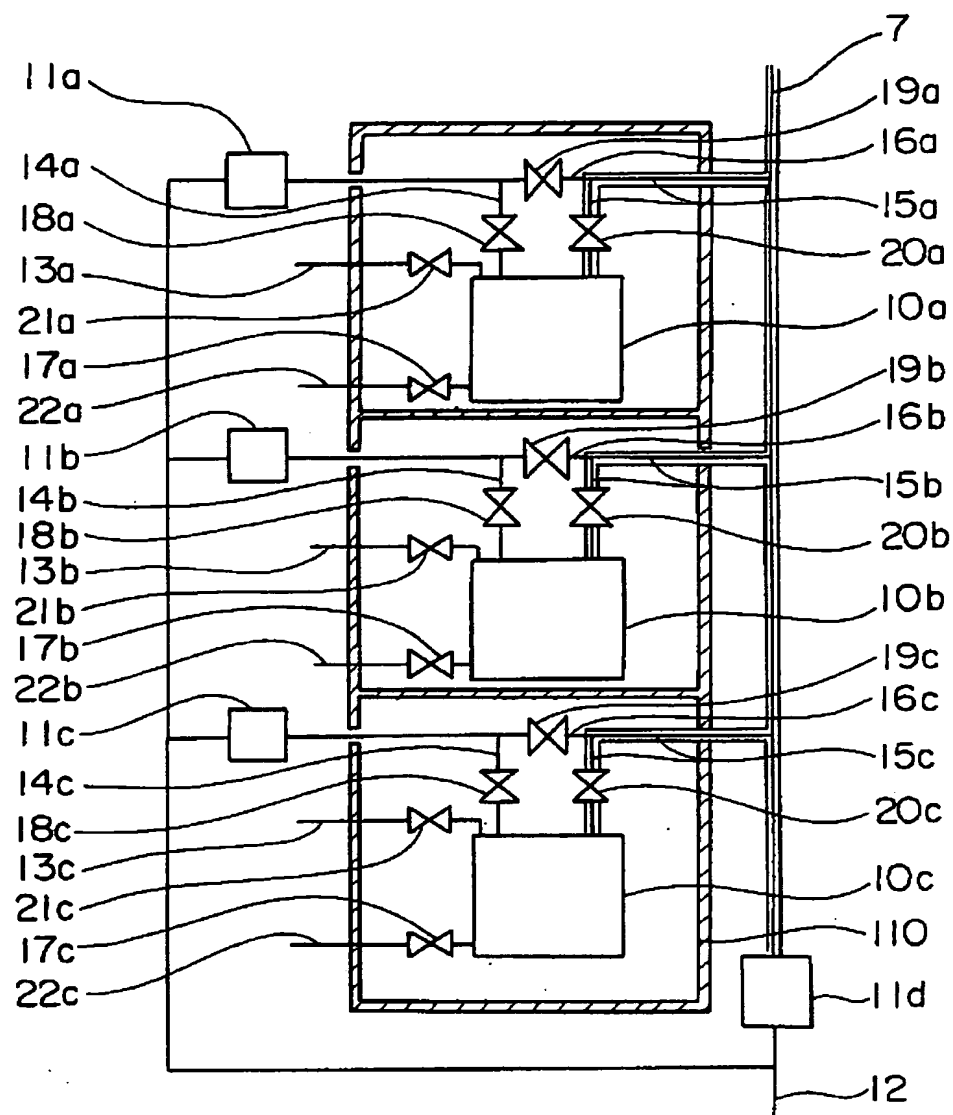
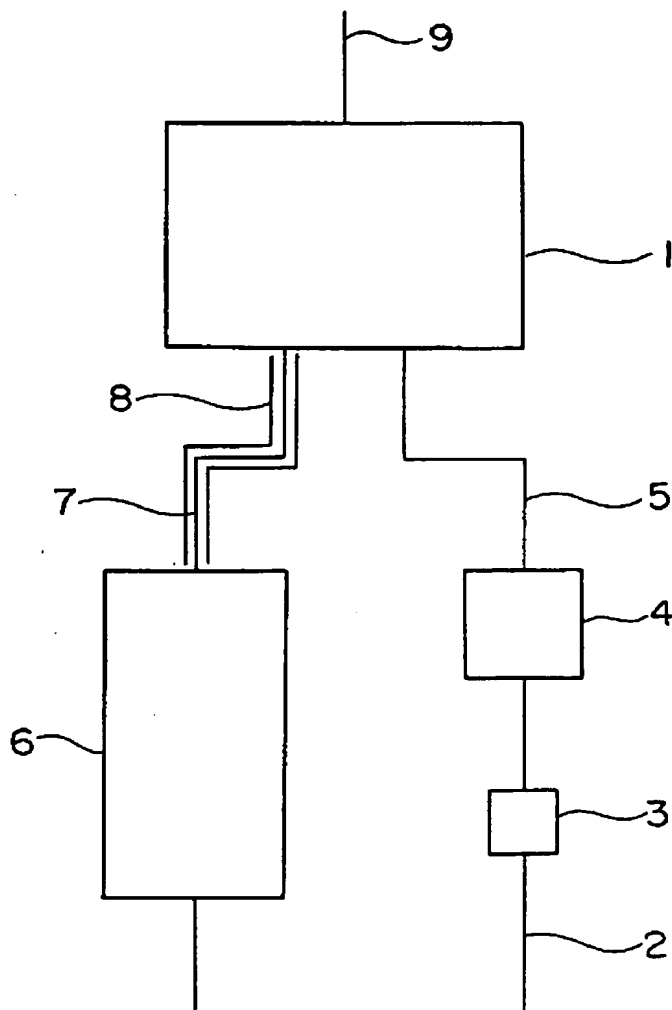




図 50



51

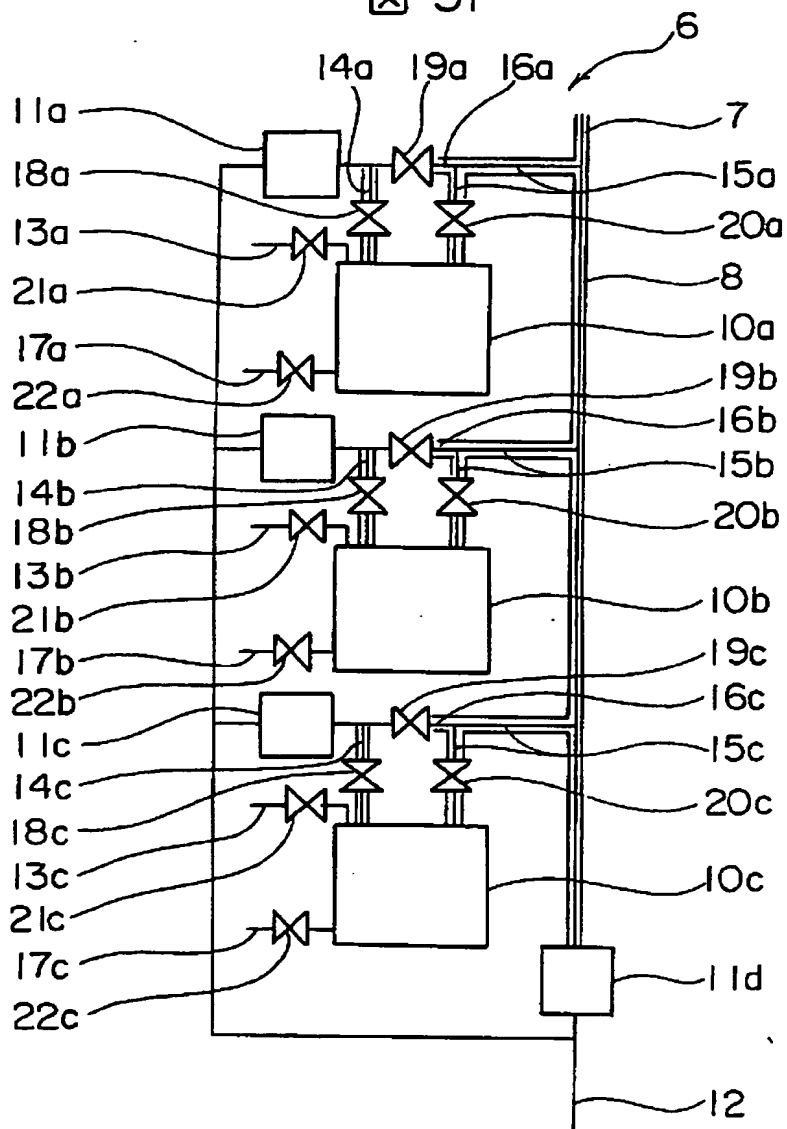


図 52

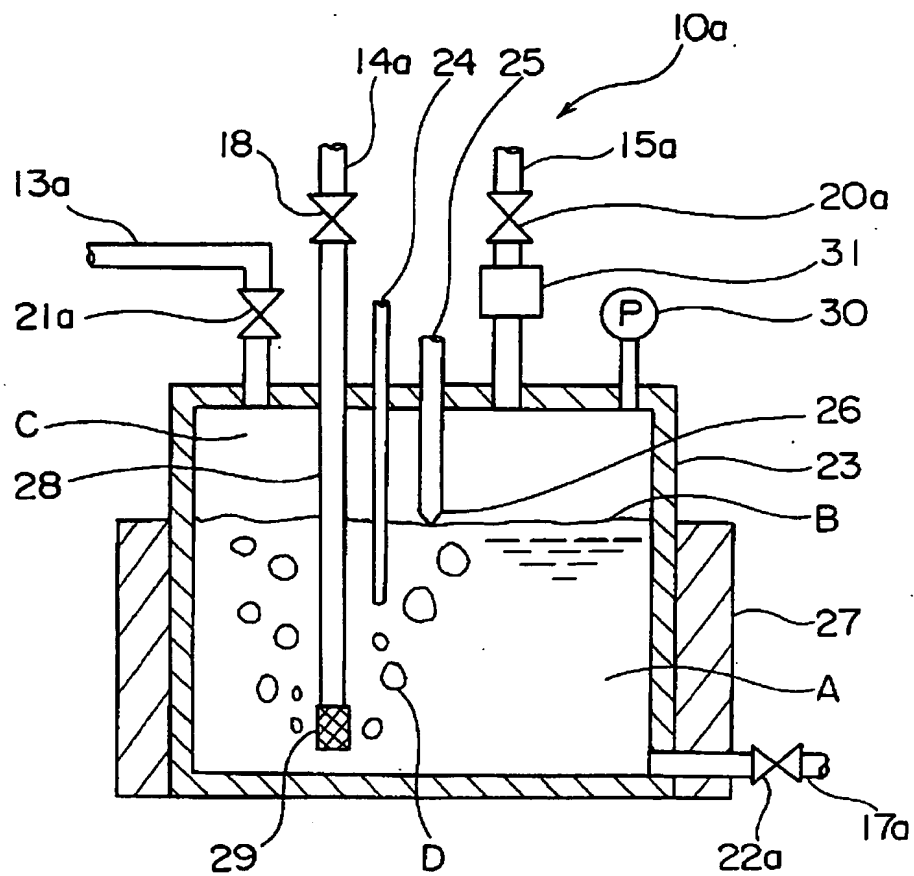


図 53

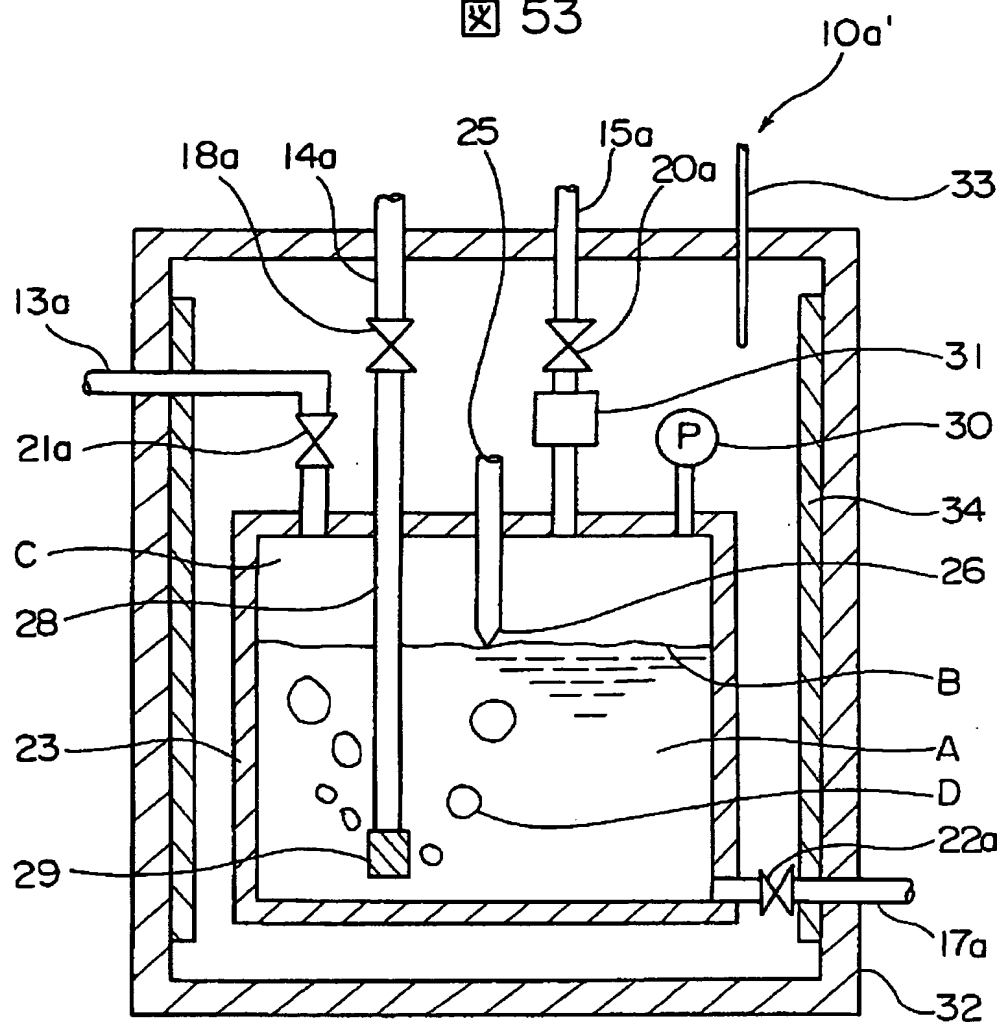


図 54

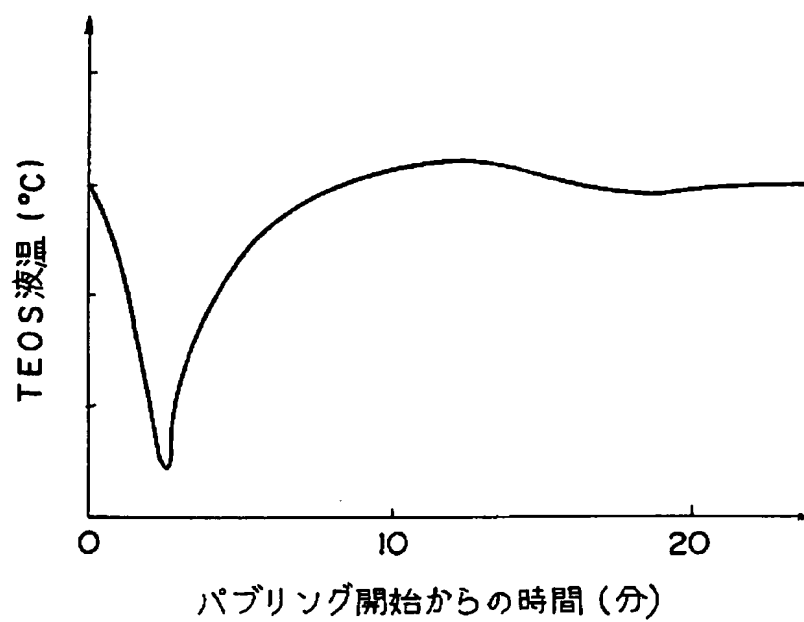


図 55

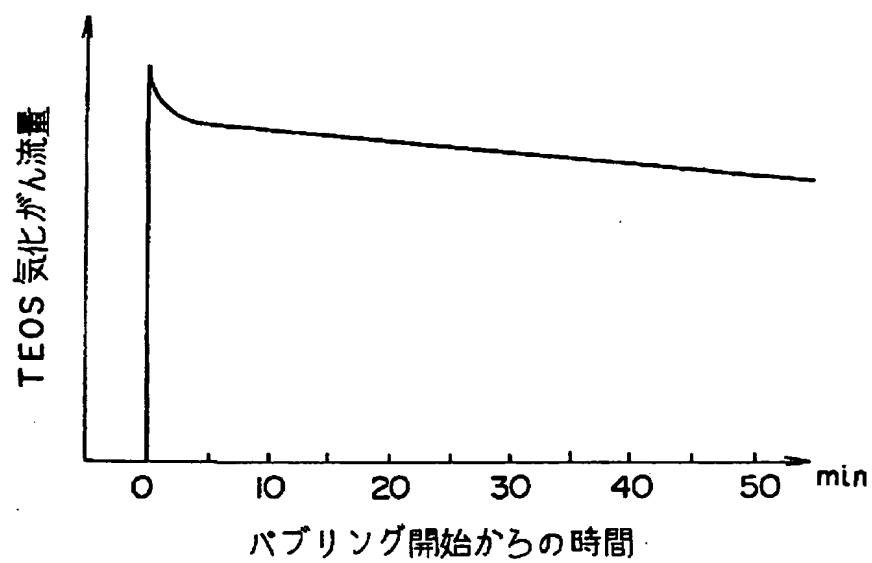


図 56

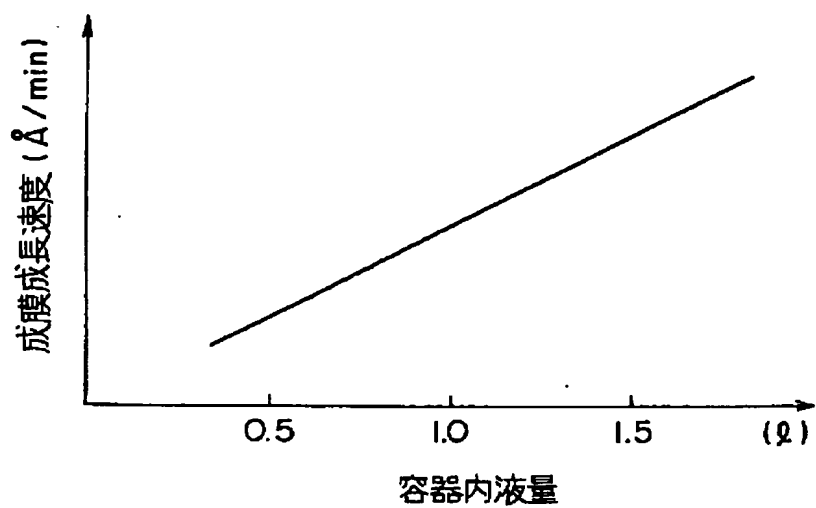


図 57

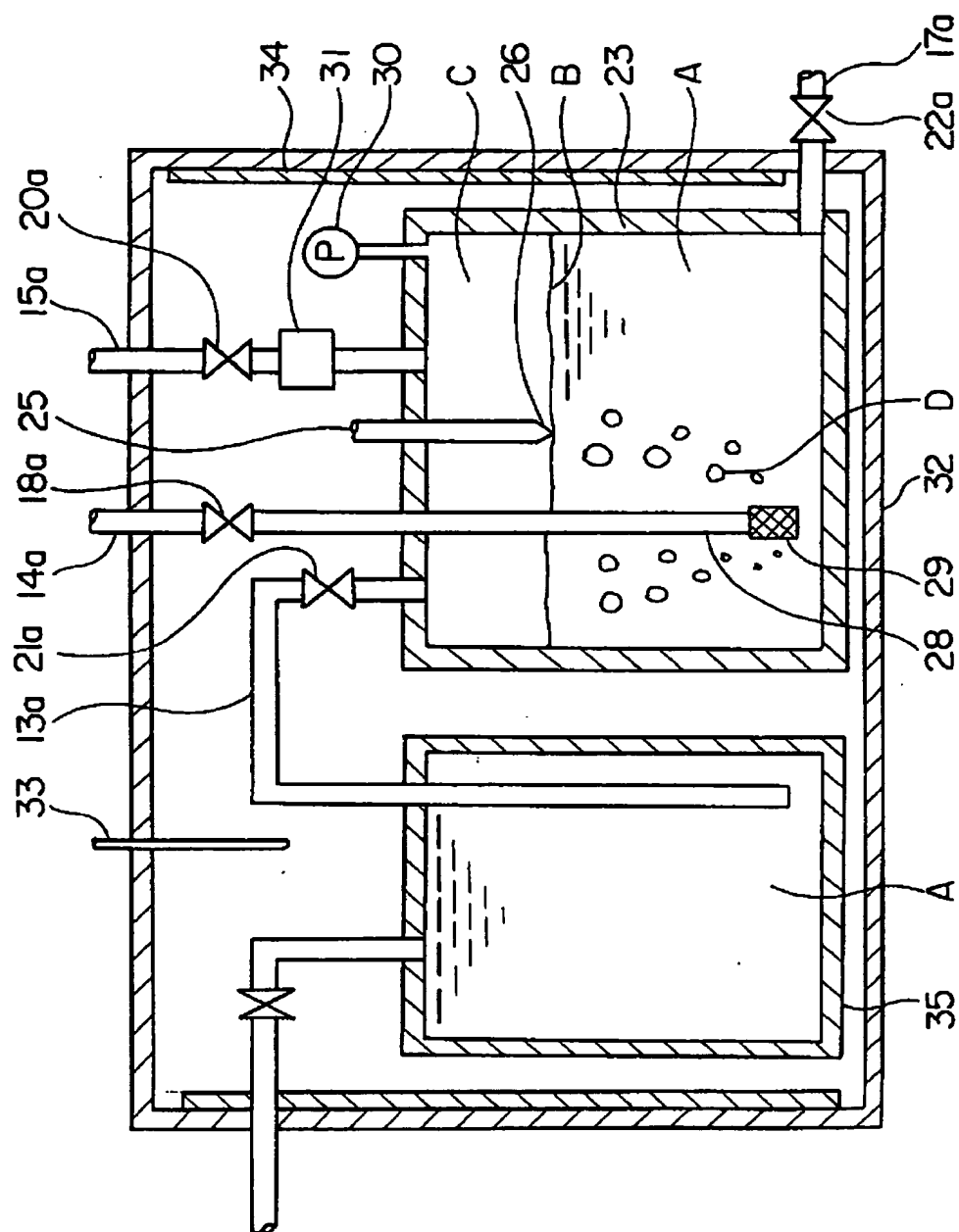


図 58

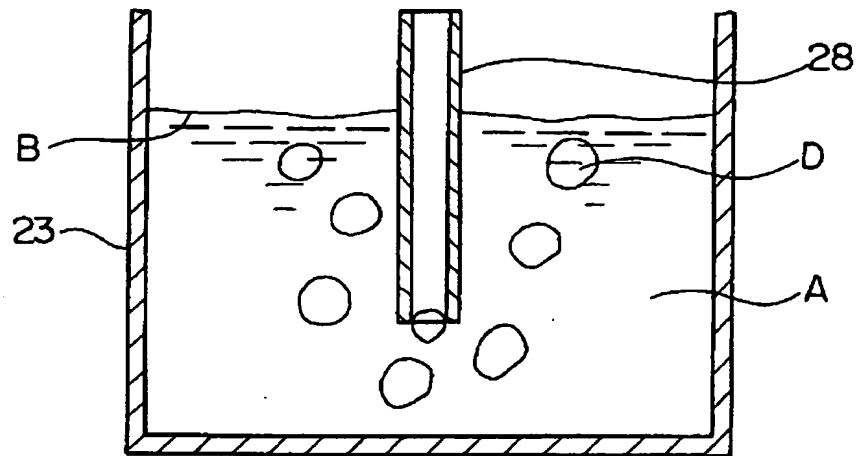


図 59

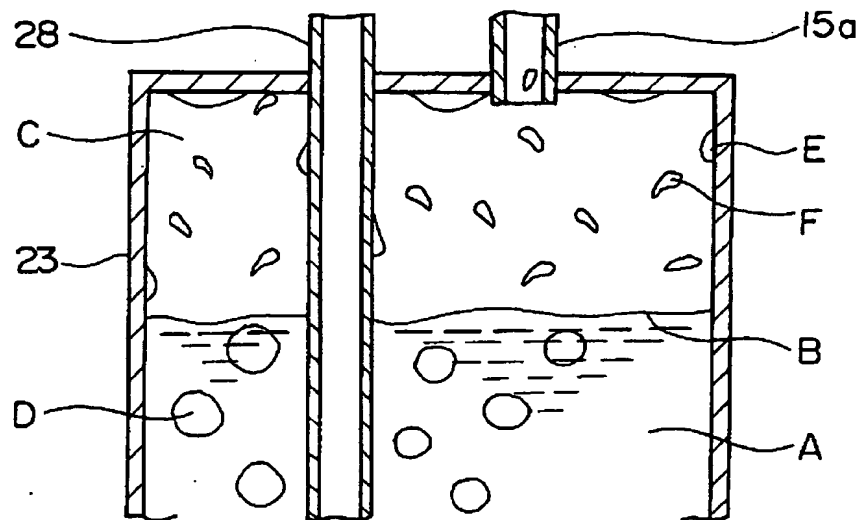




図 60

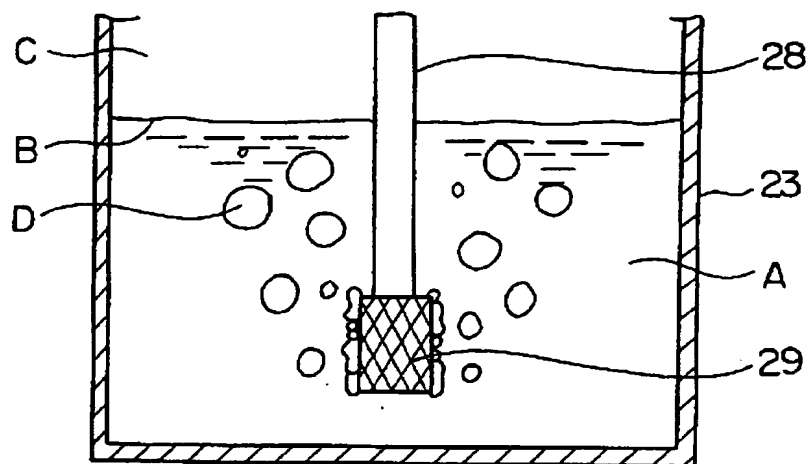


図 61

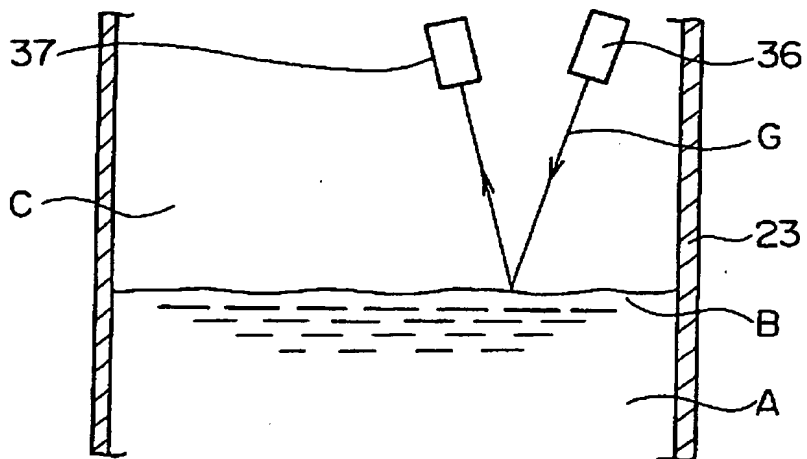
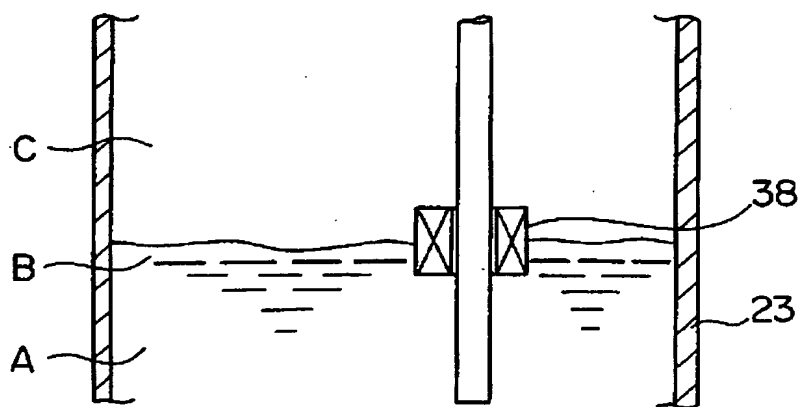


図 62



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/JP93/01353

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl<sup>5</sup> B01D1/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. Cl<sup>5</sup> B01D1/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1952 - 1988  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1973 - 1992

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, A, 4-063189 (Maeyama K.K.), February 28, 1992 (28. 02. 92), (Family: none)	11
Y X	Microfilm of the specification and drawings annexed to the written application of Japanese Utility Model Application No. 86482/1985 (Laid-Open No. 204602/1986), (Kuraray Co., Ltd.), December 23, 1986 (23. 12. 86), (Family: none)	1-24, 26-43 25
Y X	JP, A, 56-067574 (Kunio Saito), June 6, 1981 (06. 06. 81), (Family: none)	1-10, 12-43 11
Y	JP, A, 56-037486 (Ube Industries, Ltd.), April 11, 1981 (11. 04. 81), & JP, B2, 60-011799	1-43
Y	JP, A, 53-135885 (Bayer AG.), November 27, 1978 (27. 11. 78), Fig. 2 & FR, A1, 2389408 & US, A, 4165360 & GB, A, 1584047 & FR, B1, 2389408	17-20

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
November 26, 1993 (26. 11. 93)

Date of mailing of the international search report  
December 14, 1993 (14. 12. 93)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

**PCT/JP93/01353****C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
	& DE, C2, 2719956 & CH, A, 635758 & IT, A, 1090220 & JP, B2, 60-029294	

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) <b>Int. Cl<sup>8</sup> B 01 D 1 / 14</b>		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) <b>Int. Cl<sup>8</sup> B 01 D 1 / 14</b>		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <b>日本国実用新案公報 1952-1988年</b> <b>日本国公開実用新案公報 1973-1992年</b>		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, A, 4-063189 (株式会社 前山), 28. 2月. 1992 (28. 02. 92) (ファミリーなし)	11
Y X	日本国実用新案登録出願 60-86482号 (日本国実用新案 登録出願公開 61-204602号) の願書に添付された明細 書及び図面のマイクロフィルム (株式会社 クラレ), 23. 12月. 1986 (23. 12. 86) (ファミリーなし)  JP, A, 56-067574 (斎藤 國雄),	1-24, 26-43 25
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日 若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日 の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と 矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のため に引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規 性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文 献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性 がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 <b>26. 11. 93</b>	国際調査報告の発送日 <b>1412.93</b>	
名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号 100 東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号	特許庁審査官 (権限のある職員) <b>山田 泰之</b>	<b>4 D 9 1 5 3</b>
電話番号 03-3581-1101 内線		<b>3421</b>

C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y X	6. 6月. 1981(06. 06. 81)(ファミリーなし)	1-10, 12-43 11
Y	JP, A, 56-037486(宇部興産株式会社), 11. 4月. 1981(11. 04. 81) &JP, B2, 60-011799	1-43
Y	JP, A, 53-135885(バイエル・アクチエンゲゼルシャフト), 27. 11月. 1978(27. 11. 78), 第2図&FR, A1, 2389408&US, A, 4165360 &GB, A, 1584047&FR, B1, 2389408 &DE, C2, 2719956&CH, A, 635758 &IT, A, 1090220&JP, B2, 60-029294	17-20